

Untersuchungen zu durch Schwerionen-Bestrahlung induzierten Materialveränderungen in supraleitenden NbTi-Drähten

Vom Fachbereich Materialwissenschaft
der Technischen Universität Darmstadt
zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktor-Ingenieurs

genehmigte Dissertation

vorgelegt von
Dipl.-Ing. Aleksandra Newirkowez
aus Rīga

Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. Hartmut Fieß

Mitberichterstatter: Prof. Dr. Reinhard Neumann

Prof. Dr. Wolfgang Ensinger

Tag der Einreichung: 19.09.2008

Tag der mündlichen Prüfung: 11.11.2008

Darmstadt 2008

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. H. Fueß für die Anregung zu dieser Arbeit und für die gegebenen Freiräume bei der Durchführung der Arbeit.

Ich bedanke mich bei Herrn Prof. Dr. R. Neumann für das große Interesse an dieser Arbeit und für die fortwährende Unterstützung im Laufe der Arbeit.

Bei Frau Dr. C. Trautmann möchte ich mich sehr für die Unterstützung bei den Strahlexperimenten in der GSI, die Hilfe bei der Zusammenfassung der wissenschaftlichen Texte, die vielen guten Tipps und nicht zuletzt für die scharfe Kritik bedanken.

Für die zahlreichen Tage und Nächte während der *in-situ* Widerstandsmessungen im Cave X0 bei den Strahlzeiten in der GSI, außerdem für die zahlreichen Ideen bei der Vorbereitung, der Durchführung und der Auswertung der Messungen, für die vielen wertvollen Diskussionen und für die stete Hilfsbereitschaft bedanke ich mich besonders herzlich bei Herrn Dr. K.-O. Voss.

Ich bedanke mich bei allen Mitgliedern der Arbeitsgruppe Materialforschung (GSI) für die freundliche Aufnahme, die Unterstützung und die stete Hilfsbereitschaft, die den wesentlichen Teil des guten Arbeitsklimas dieser Gruppe ausmacht.

Für die Hilfe bei den TEM-Untersuchungen und für die wertvollsten Konsultationen bedanke ich mich bei Herrn Dr. G. Miehe.

Bei Herrn Dr. J. Brötz bedanke ich mich sowohl für die Einführung als auch für die Hilfestellungen bei den Textur-Untersuchungen und für die nette Gesellschaft während all dieser Jahre.

Meinen Kollegen der Arbeitsgruppe Strukturforschung sowie des Fachbereichs Material- und Geowissenschaften gilt mein Dank für die kollegiale Unterstützung bei vielen kleinen und großen Problemen.

Ich bedanke schließlich herzlich bei Herrn Dr. A. Langhoff für die freundliche und geduldige Unterstützung in Sachen Deutsch.

Inhaltverzeichnis

Einleitung	1
1 Stand der Forschung	4
1.1 Grundlagen der Supraleitung	4
1.2 NbTi-Legierung und ihre supraleitenden Eigenschaften	6
1.3 Wechselwirkungen energiereicher geladener Teilchen mit Materie	10
1.4 Einfluss schwerer Ionen auf metallische Werkstoffe	12
1.5 Strahlinduzierte Veränderungen der kritischen Supraleitungsparameter	14
2 Experimentelle Messtechniken	20
2.1 Beschleuniger-Anlage	20
2.2 Experimenteller Teil	22
3 Analysemethoden	29
3.1 Röntgenographische Untersuchungen	29
3.1.1 Phasenuntersuchungen	30
3.1.2 Texturuntersuchungen	30
3.2 Transmissionselektronenmikroskopie	36
3.2.1 Probenpräparation	38
4 Ergebnisse und Diskussionen	41
4.1 Veränderungen der Oberflächenbeschaffenheit	41
4.2 Röntgenstrukturuntersuchungen an Filamenten	42
4.3 Texturuntersuchungen an NbTi-Folien	53
4.4 „In-situ“ Widerstandsmessungen an Filamenten	56
4.5 Schlussfolgerung	61
5 Zusammenfassung	63
Literaturverzeichnis	66

Einleitung

Seit einigen Jahren wird an der Gesellschaft für Schwerionenforschung (GSI) ein neues technologisches Konzept für das zukünftige Internationale Beschleunigerzentrum für die Forschung mit Ionen und Antiprotonenstrahlen (FAIR, International Facility for Antiproton and Ion Research) entwickelt. Die geplante Beschleunigeranlage wird aus dem vorhandenen Beschleuniger (UNILAC und SIS 18) als Injektor, dem supraleitenden 100/300 Tm Doppelringbeschleuniger (SIS 100/300), sowie einem Netz von Speicherringen und Experimentierstationen bestehen (Abb. 1). Die neue Anlage wird hochenergetische Protonen, Antiprotonen und stabile und radioaktive Schwerionen bis einschließlich Uran (bspw. 30 GeV/u von Ne^{10+} bis zu U^{92+}) mit sehr hohen Strahlintensitäten liefern [CDR02]. Die Betriebsbedingungen der Anlage befinden sich nah an den Strahlstabilitätsgrenzen. Um eine hohe Qualität des Strahles aufrecht zu erhalten und die Strahlverluste zu minimieren, ist die Kontrolle des Strahles von besonderer Wichtigkeit. Trotzdem ist nicht zu vermeiden, dass alle Teile der Beschleunigerringe mehr oder weniger starker Röntgen-, Gamma-, und Neutronenstrahlung sowie Strahlen leichter oder schwerer geladenen Teilchen ausgesetzt sein werden. Weil sich insbesondere durch Teilchenstrahlen Eigenschaften und Funktionen von Materialien verschlechtern können, ist es wichtig, die Strahlenresistenz kritischer Komponenten der Anlage zu untersuchen. Die hier vorliegende Arbeit konzentriert sich auf mögliche Strahlschäden in supraleitenden NbTi-Drähten, die in den Spulen der Magnete des Beschleunigerringes SIS 100 eingesetzt werden [Latysheva03], [Moritz03]. In diesen neuen *Nuclotron*-Typ eisendominierten Magneten werden die um die Hohlrohrleitung gewickelten NbTi-Drähte indirekt bis 4,5 K gekühlt.

Wegen ihrer exzellenten mechanischen Eigenschaften und erstaunlich guten Verformbarkeit sind metallische Supraleiter auf NbTi-Legierungsbasis sehr attraktiv für die Benutzung in Hochfeld-Magneten. Dank dieser Eigenschaften ist die Herstellung von Drähten aus vielen Filamenten möglich. Supraleitende Drähte haben einen typischen Durchmesser von etwa einem Millimeter und enthalten einige Tausende von dünnen, in Bündeln gruppierten NbTi-Filamenten, die zur thermischen Stabilisation in eine Kupfer-Matrix eingebettet sind. Die Filamente haben eine zweiphasige Mikrostruktur: β -NbTi (bcc) als Hauptphase, in der dünne, streifenförmige, entlang der Walzrichtung orientierte Ausscheidungen der α -Ti-Phase (hcp) vorliegen. Die α -Ti-Ausscheidungen sind das Ergebnis komplizierter thermomechanischer Behandlung, bestehend aus mehrmaligen Kaltverformungs- und Ausheilstufen. Die kritische Stromdichte kommerzieller NbTi-Legierungen ist durch diese α -Ti-

Ausscheidungen optimiert, da diese als Haftzentren (Pinning-Zentren) für die magnetischen Flußschläuche fungieren.

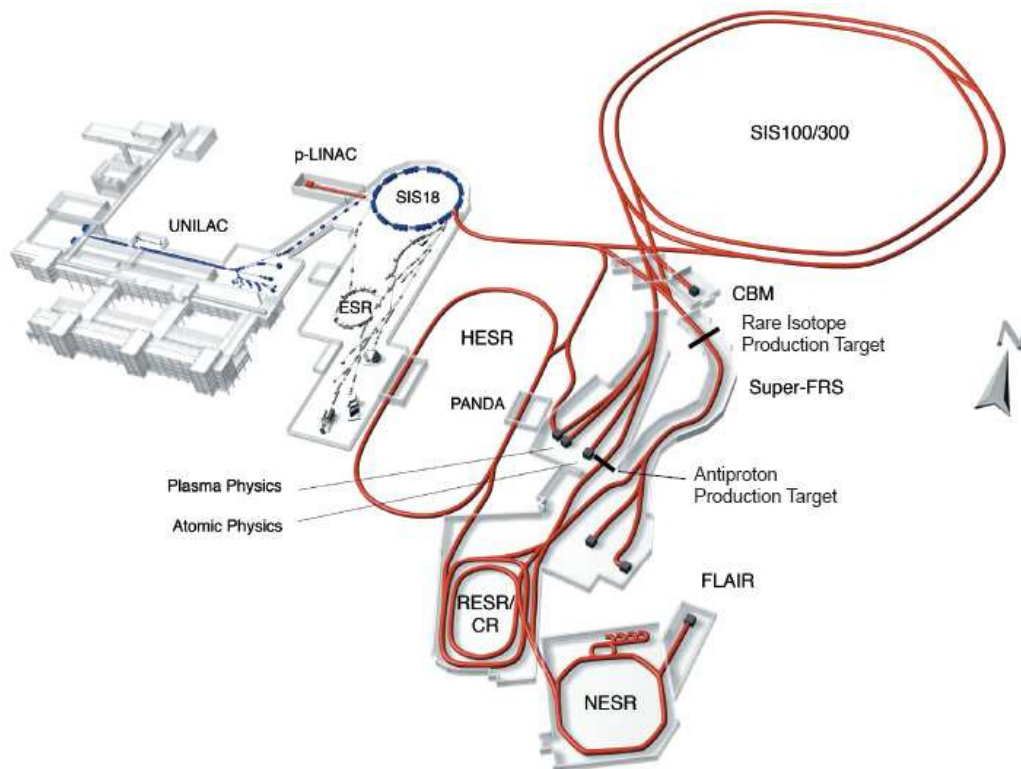


Abb. 1: Lageplan der existierenden GSI-Anlage mit UNILAC (*UNI*versal *LI*near *AC*celerator) und SIS 18 (*SchwerI*onen-*Synchro*tron) (links, blau gefärbt) und die geplante FAIR Anlage (rechts, in rot) mit den supraleitenden Doppelringbeschleunigern SIS 100/300, und einem Netz von Speicherringen und Experimentierstationen [BTR06]

Die strahlinduzierten Veränderungen der supraleitenden Eigenschaften der NbTi-Legierung wurden Anfang der 1970er und bis zum Ende der 1980er Jahre unter Verwendung von Teilchenstrahlung vielfach untersucht. Sehr leichte Teilchen (Protonen, Neutronen, Deuteronen) und einige mittelschwere Ionen (Sauerstoff, Bor, Phosphor) im Energiebereich zwischen 100 keV und 30 GeV wurden eingesetzt. Durch die Bestrahlung verändern sich verschiedene Werte wie der kritische Strom (I_c), die kritische Temperatur (T_c) und das obere kritische magnetische Feld (H_{c2}); der spezifische Widerstand (ρ) wächst [Snead77], [Couach75], [Coffey67], [Schmelz77]. Elastische Stöße von Teilchen mit keV-Energien mit Matrixatomen führen zur Bildung von Defektkaskaden und Defektclustern. Bestrahlung von NbTi-Folien (Nb-50 Gew.-% Ti) mit 300 keV Bor- und Phosphor-Ionen hoher Fluenz führt zur Bildung von α -Ti-Ausscheidungen [Ogawa97].

Defekte induziert durch Schwerionen-Bestrahlung werden insbesondere in Isolatoren beobachtet und wurden in zahlreichen Untersuchungen dokumentiert [Neumann06]. Metalle sind im Allgemeinen nicht so empfindlich, es liegen allerdings Hinweise vor, dass in einigen

ausgewählten Metallen, wie Fe, Ni, Zr und Ti, und vor allem in amorphen Metalllegierungen deutliche Defekte auftreten können. [Klaumünzer83], [Dammak98], [Dunlop93], [Dammak96]. In reinem Ti mit hcp-Struktur findet bei tiefer Temperatur (< 80 K) durch die Bestrahlung mit GeV U-Ionen bis zu einer Fluenz von 10^{-12} Ionen/cm² eine Phasenumwandlung von α -Ti-Phase in die ω -Ti-Hochdruckphase statt [Dammak96].

Bis heute gibt es keine Untersuchungen über mögliche Umwandlungen durch Schwerionen-Bestrahlung bei NbTi-Legierungen, deren supraleitende Eigenschaften stark von der Mikrostruktur abhängig sind. Das Hauptziel dieser Arbeit ist aufzuklären, welche Folgen für die supraleitende Legierung durch Schwerionen-Bestrahlung auftreten können. Die dazu notwendigen Strahlexperimente sind an der Beschleunigeranlage der GSI am Strahlplatz X0 und im Cave A durchgeführt worden unter Benutzung verschiedener Ionenstrahlen unterschiedlicher Energie. Es wurden in-situ Widerstandsmessungen an Filamenten gemacht. Die strukturellen und texturellen Veränderungen der NbTi-Legierung wurden mit Hilfe von Röntgenbeugungsmethoden und Transmissionselektronenmikroskopie verfolgt.

1 Stand der Forschung

1.1 Grundlagen der Supraleitung

Supraleiter sind Materialien, deren elektrischer Widerstand unterhalb einer kritischen Temperatur sprunghaft auf Null abfällt. Aus dem Inneren eines Supraleiters werden Magnetfelder bis zu einer bestimmten Stärke verdrängt, der so genannte Meißner-Ochsenfeld-Effekt. Supraleiter werden in zwei Typen unterteilt: in Supraleitern I. Art werden die magnetischen Feldlinien bis auf eine dünne Schicht an der Oberfläche vollständig aus dem Inneren verdrängt, während in Typ II-Supraleitern (harte Supraleiter) die Magnetisierung durch die supraleitenden Ströme nicht ausreicht, um das äußere Feld ganz abzuschirmen. Das Magnetfeld dringt stellenweise in Form von Flussschläuchen in den Supraleiter ein, so dass eine Mischphase (Shubnikov-Phase) entsteht. Flussschläuche stoßen sich untereinander ab und ordnen sich in einem so genannten Abrikosov-Gitter an. Der Abstand zwischen den Symmetrieachsen zweier Flussschläuchen beträgt typischerweise etwa 100 nm.

Auf Grund von Lorentzkräften können Flussschläuche senkrecht zum Transportstrom wandern. In harten Supraleitern, zu denen auch NbTi gehört, werden große kritische Ströme in Anwesenheit starker Magnetfelder durch Einschränkung des Wanderns der Flussschläuche durch so genannte Haftzentren (Pinning-Zentren) erlangt (s. Abb. 1.1a).

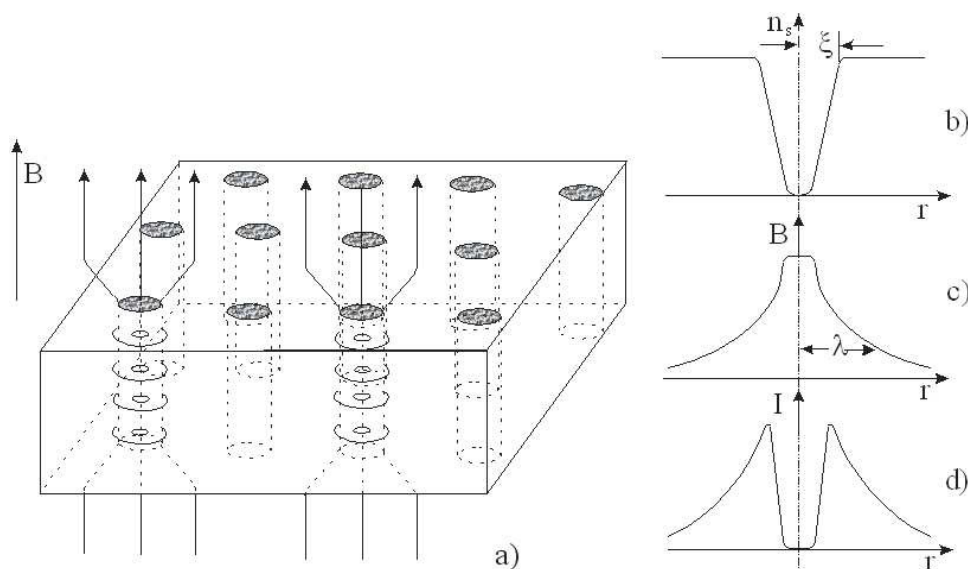


Abb. 1.1: a) Schematische Darstellung der Shubnikov-Phase. Wegen der Übersichtlichkeit sind die supraleitenden Ströme nur für zwei Flussschläuche eingezeichnet [Buckel90]. b–d) Struktur eines isolierten Flussschlauches. Abhängigkeit von b) Dichte der supraleitenden Elektronen (n_s), c) Magnetfeld (B) und d) Stromdichte (I) vom Radius (r) des Flussschlauches [Ullmaier69]

Die Shubnikov-Phase wurde von Abrikosov [Abrikosov57] unter Verwendung der Ginzburg-Landau-Theorie [Ginzburg50] für Supraleiter mit negativer Oberflächenenergie (Typ II-Supraleiter) vorausgesagt. Zu einer negativen Oberflächenenergie kommt es, wenn der Ginzburg-Landau Parameter $\kappa > 1/\sqrt{2}$ ist, wobei κ durch

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi} = \frac{H_{c0}}{\sqrt{2} \cdot H_c} \quad 1.1.1$$

gegeben ist. λ ist die Eindringtiefe des Magnetfeldes und ξ die Kohärenzlänge des Supraleiters. Die Struktur eines isolierten Flussschlauches ist in Abbildung 1.1b-d schematisch dargestellt. Der Kern des Flussschlauches (Radius $\sim \xi$) ist normalleitend (dort ist die Dichte der supraleitenden Elektronen $n_s = 0$, Abb. 1.1b). Er ist von zirkularen Supraströmen (Abb. 1.1c) umgeben, die die in Abbildung 1.1d dargestellte Feldkonfiguration zur Folge haben.

κ ist mit den experimentell gut zugänglichen Größen wie dem Koeffizient der elektrischen spezifischen Wärme (γ) und dem spezifischen Widerstand des Metalls im Normalzustand (ρ_n) durch folgende Formel [Goodman62] verknüpft:

$$\kappa = \kappa_0 + A \gamma^{1/2} \rho_n. \quad 1.1.2$$

Hierbei ist κ_0 der Ginzburg-Landau-Parameter des reinen Metalls ($\rho_n \rightarrow 0$, wenn die mittlere freie Weglänge der Elektronen $l \rightarrow \infty$) ist und A ist eine vom Maßsystem abhängige Konstante. Wie aus Gleichung 1.1.2 ersichtlich ist, vergrößert sich der Ginzburg-Landau-Parameter mit Verringerung der freien Weglänge der Elektronen [Fietz67]. Diese kann im Allgemeinen durch die Vergrößerung der Konzentration der Legierungselemente, der Zwischengitteratome oder der Versetzungen erreicht werden.

Die Pinningkraft eines Supraleiters lässt sich experimentell durch folgende Beziehung bestimmen [Friedel63]:

$$F_p = B \frac{\partial H}{\partial B} \frac{\partial B}{\partial x} = B \frac{\partial H}{\partial x}, \quad 1.1.3$$

wobei man $\frac{\partial H}{\partial B}$ aus der B - H -Charakteristik des zugrunde liegenden idealen Typ II-Supraleiters erhält und $\frac{1}{\mu_0} \frac{\partial B}{\partial x}$ die Dimension einer Stromdichte hat und oft als die kritische Stromdichte J_c bezeichnet wird.

Als Haftzentren können verschiedene Unregelmäßigkeiten der Legierung, wie Versetzungen, Leerstellen-, Versetzung- und Zwischengitteratom-Anhäufungen, Hohlräume

[Friedel63], Korngrenzen, Spurenelemente und kleine Anteile einer sekundären Phase dienen. Zahlreiche Untersuchungen des Einflusses sekundärer Phasen auf das Pinningverhalten liegen vor: [DeSorbo63], [Livingston63(1)], [Livingston63(2)], [Livingston63(3)], [Livingston64], [Campbell64], [DeSorbo64], [Walker63] und [Aaron62]. In den systematischen Untersuchungen von Livingston [Livingston64] ergab sich eine starke Abhängigkeit der Pinningkraft vom mittleren Durchmesser der Ausscheidungen und der Hinweis auf einen für die gegebene Flussdichte optimalen Durchmesser. Außerdem wurde die Zunahme der Pinningkraft mit der Zahl der Ausscheidungen pro Volumen festgestellt. Starke Pinningkräfte in harten Supraleitern werden durch die inhomogene Verteilung von Versetzungen verursacht [Walker63], [Narlikar64], [Narlikar66]. Eine lineare Abhängigkeit der Pinningkraft mit zunehmender Versetzungsdichte bei gleichmäßiger Versetzungsverteilung wurde an tordierten Nb-Einkristallen festgestellt [Nembach66(1)], [Nembach66(2)] und [Freyhardt67]. Obwohl sich bei der Zunahme von gleichmäßig verteilten Punktdefekten die mittlere freie Weglänge der Elektronen l verkürzt, werden, wie es in den Experimenten an Nb [Tedmon65], [Nembach66(1)] nachgewiesen wurde, die Pinningeigenschaften durch die Punktdefekte nicht beeinflusst. Dieser experimentelle Befund wird durch den im Vergleich mit dem Flusslinienabstand sehr kleinen Wirkungsbereich eines einzelnen Defektes und die dadurch geringen Verankerungskräfte für Flusslinien erklärt.

Als besonders gut geeignete Pinning-Zentren haben sich sogenannte Ionenspuren erwiesen. Durch Bestrahlung mit hochenergetischen (MeV-GeV) Schwerionen können zylinderförmige Defekte erzeugt werden (zu dieser Thema s. auch Kap. 1.3 und Kap. 1.4). Es wurde mehrfach gezeigt, dass diese 'kolumnaren' Defekte sich als Haftzentren von Flussschläuchen besonders eignen [YimeiZhu93], [vanderBeek95].

1.2 NbTi-Legierung und ihre supraleitenden Eigenschaften

Bezüglich der kommerziellen Nutzung haben metallische Supraleiter insbesondere NbTi-Legierungen bis heute eine führende Stellung. Der große Erfolg der NbTi-Legierungen beruht auf der Kombination von exzellenter Festigkeit, Plastizität und hoher kritischer Stromdichte für Magnetfelder im häufig angewendeten Bereich zwischen 2 und 8 T. Außerdem sind im Vergleich zu anderen technologisch eingesetzten Supraleitern die Material- und Herstellungskosten niedriger.

Kommerzielle NbTi-Supraleiterdrähte bestehen üblicherweise aus mehreren tausend dünnen NbTi-Filamenten, die zur thermischen Stabilisierung mit Kupfer ummantelt sind. Der typische Durchmesser eines derart aufgebauten supraleitenden Drahts beträgt weniger als ein mm, der eines einzelnen Filaments einige μm (s. Abb. 1.2.1). Das Filament selbst besteht im Wesentlichen aus einer β -NbTi-Phase mit raumzentriertem Gitter (bcc) vermischt mit α -Ti-Ausscheidungen. Diese α -Ti-Ausscheidungen haben eine hexagonale dicht gepackte Gitterstruktur (hcp) und werden gezielt durch eine spezielle Wärmebehandlung erzeugt (Glühen bei Temperaturen zwischen 200 und 500 °C mit anschließend mehrstufiger plastischer Kaltverformung). Durch die Vorzugsrichtung der Kaltverformung erhalten die α -Ti-Ausscheidungen die Form von schmalen, langen, parallel zu der Filamentachse liegenden Streifen mit etwa 1 μm Länge, 100 - 300 nm Breite und 3 - 5 nm Dicke (s. Abb. 1.2.2). Während der Kaltverformung rotieren individuelle Kristallkörner der β -NbTi-Phase bezüglich der Walzachse und bilden dadurch insgesamt eine $\langle 110 \rangle$ -Verformungstextur.

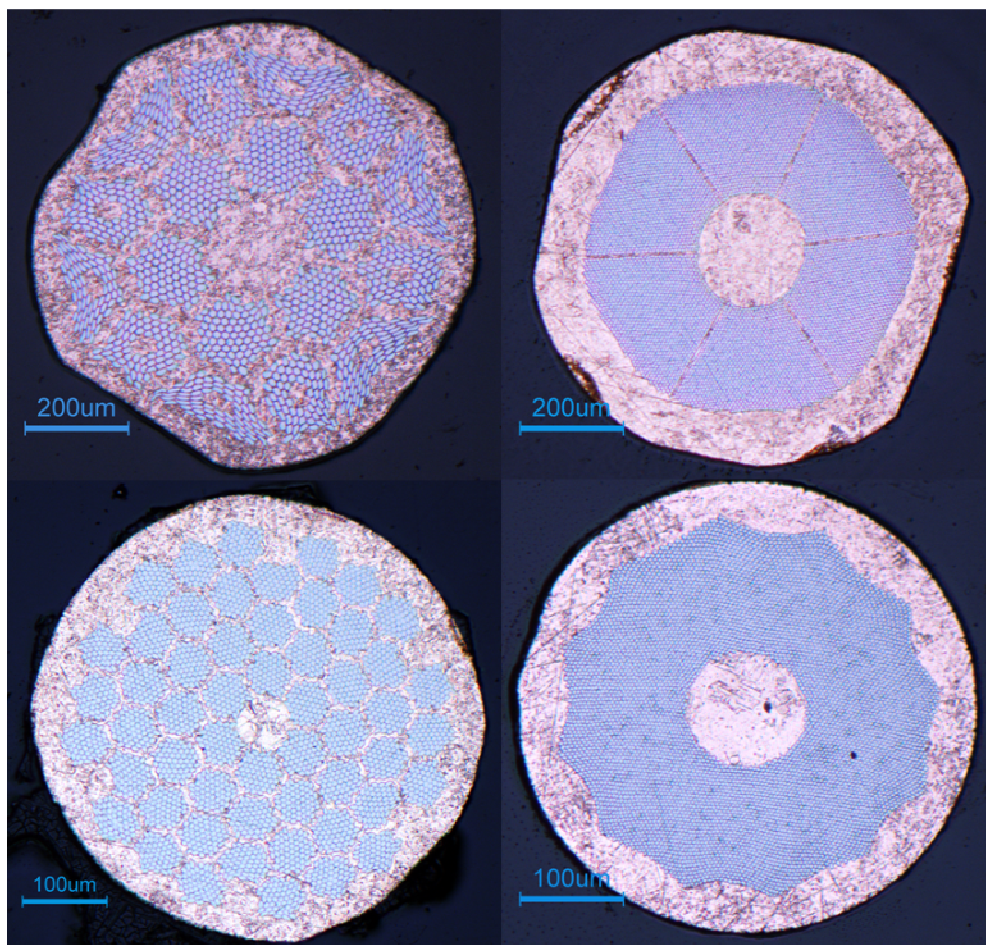


Abb. 1.2.1: Lichtmikroskopische Aufnahmen vom Querschnitt verschiedener supraleitender Drähte: *Walter1* (links oben), *Walter4* (rechts oben), *Nuclotron* (links unten), *3N7TM3* (rechts unten). Die metallographischen Schlitte wurden zwischen 6 - 9 Sekunden mit der folgenden Lösung geätzt: 25 ml H_2O , 25 ml Ammoniaklösung und 15 ml H_2O_2 [Petzow94]

Es können auch noch andere Phasen supraleitender NbTi-Legierungen auftreten. Während des Glühvorganges und beim nachfolgenden Abschrecken kann die ω -Phase mit hexagonaler Struktur erzeugt werden. Ausscheidungen der ω -Phase sind starke Haftzentren und vergrößern als Folge die kritischen Stromwerte [Buckett87], [Kramer67]. Ausscheidungen mit einem kubisch-flächenzentrierten Gitter und mit einer Gitterkonstante von $a = 4,36 \text{ \AA}$ wurden beobachtet [Arndt74]. Außerdem kann sich die β -NbTi-Phase in Ti-reichen Legierungen in Martensit (α' -Ti) oder in einen orthorhombisch-verzerrten Martensit (α'' -Ti) bei niedrigeren Ti-Konzentrationen umwandeln [Moffat88], [Buckett87].

Der kritische Strom einer NbTi-Legierung hängt von der Volumenkonzentration und Morphologie der α -Ti-Ausscheidungen ab [Lee94], [Cooley96] und [Chernyi02]. Eine lineare Abhängigkeit der Pinning-Kraft von der Volumenkonzentration der α -Ti-Ausscheidungen und deren Korngrenzen wurde festgestellt [Meingast89(1)]. Die Pinning-Kraft ist optimal, wenn die α -Ti-Streifen eine Stärke von 1 - 2 nm und einen mittleren Abstand von 3 - 6 nm haben [Lee87], [Meingast89(2)].

Eine zunehmende Stromtragfähigkeit bei abnehmender Schärfe der Textur wurde in der Arbeit von Arndt et al. [Arndt74] beobachtet. Wobei die nicht scharf begrenzten Subbänder weniger als 50 nm im Durchmesser sind und die α -Ti-Ausscheidungen eine typische Form (schmale, lange, parallel zur Filamentachse liegende Streifen) haben mit einer Breite von weniger als 50 nm. Die am Beispiel der Probe *Walter1* gemachten Aufnahmen von Subbändern sind in Abbildung 1.2.3 zu sehen. Bei [Somerkoski87] wurde dieser Befund noch genauer erfasst: Die Stromtragfähigkeit bei den niedrigeren, mittleren und hohen Feldern erreicht einen maximalen Wert für etwa 20 nm dicke Subbänder und für 5 – 10 nm breite, fein verteilte α -Ti-Ausscheidungen.

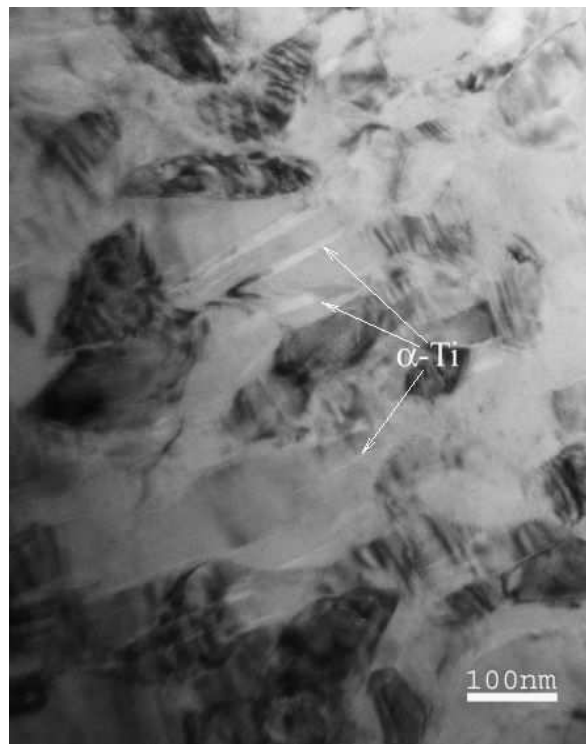


Abb. 1.2.2: Transmissionselektronenmikroskopische Hellfeldaufnahme vom Querschnitt eines Filaments. Die typische Mikrostruktur des NbTi-Supraleiters am Beispiel der Probe *Walter1*: zwischen den Körnern der β -NbTi-Phase (bcc) liegen schmale Ausscheidungen, die durch den Materialkontrast zur α -Ti-Phase (hcp) hell erscheinen

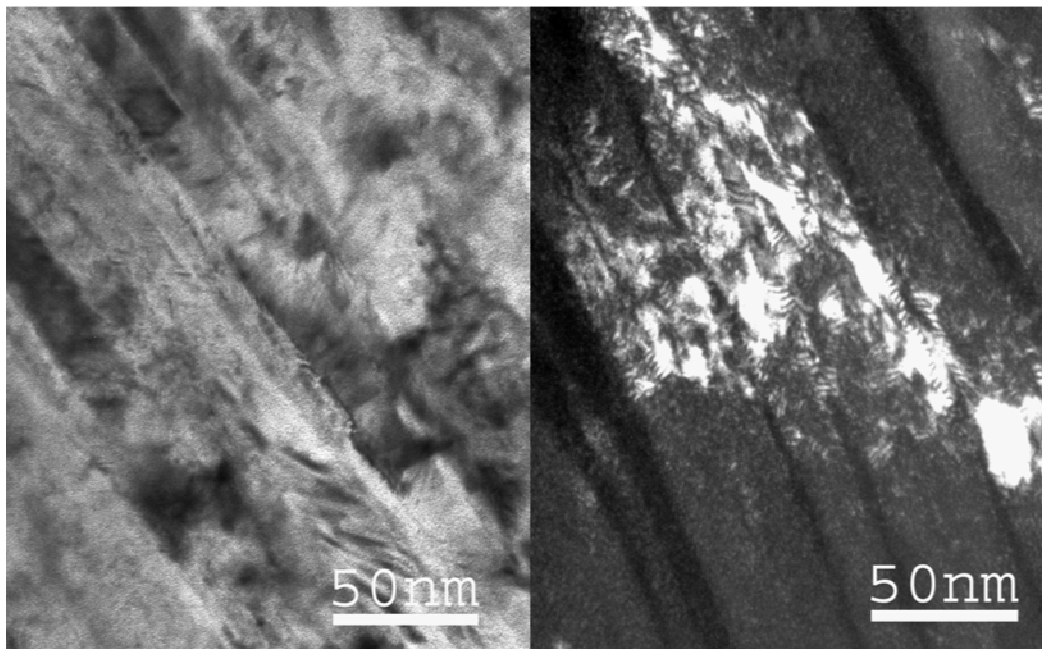


Abb. 1.2.3: Transmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen vom längs der Achse präparierten Filament am Beispiel der Probe *Walter1*. Auf den Bildern sind unterschiedliche Stellen des Präparats dargestellt. Links: Hellfeldaufnahme der Mikrostruktur des NbTi-Supraleiters. Es sind die Grenzen der Subbänder und der Materialkontrast der α -Ti-Ausscheidungen zu erkennen. Rechts: Dunkelfeldaufnahme, schwarze Streifen sind α -Ti-Ausscheidungen, graue Stellen sind die Subbänder der β -NbTi-Phase, helle Bereiche sind die durch Beugung entstandenen (100)-Reflexe der β -NbTi-Phase

1.3 Wechselwirkung energiereicher geladener Teilchen mit Materie

Beim Durchtritt durch Materie verlieren energiereiche geladene Teilchen ihre kinetische Energie. Der Verlust der Energie pro Weglängeneinheit (dE/dx) Energieverlust hängt hauptsächlich von der Geschwindigkeit und Masse des Ions ab und wird durch den Ladungszustand des Teilchens bestimmt. Auch die Art der Wechselwirkung zwischen dem Ion und dem Festkörper wird entscheidend durch die Geschwindigkeit beeinflusst [Durrani87]: bei geringen Geschwindigkeiten dominieren elastische Stöße mit den Targetatomen, hingegen bei höheren Geschwindigkeiten elektronische Anregungen und Ionisationsprozesse. Die Energieabgabe an das Target ist die Summe beider Prozesse:

$$(-dE/dx) = (-dE/dx)_n + (-dE/dx)_e,$$

wobei $(dE/dx)_n$ den so genannten nuklearen Energieverlust, bedingt durch elastische Stöße mit Atomkernen, bezeichnet und $(dE/dx)_e$ dem Energieverlust durch Coulomb-Wechselwirkung mit den Elektronen der Targetatome entspricht.

In Abbildung 1.3 sind nuklearer und elektronischer Energieverlust in Abhängigkeit von der kinetischen Energie von Uranionen für ein NbTi-Target dargestellt. Man sieht, dass bei der Bestrahlung mit Energien der Größeordnung von einigen hundert keV der hervorrufoende durch die Stöße zwischen Projektilen und Targetatomen Energieverlust überwiegt, bei 5 MeV der Anteil von beiden Verlustmechanismen gleichgroß ist und bei Energien mehr als 100 MeV die elektronischen Prozesse etwa um einen Faktor 1000 größer sind. Der nukleare Energieverlust spielt also für hochenergetische Projektile nur am Ende der Bahn (auf einer Strecke von weniger als 1 μm) eine Rolle, so dass im Allgemeinen der Anteil des nuklearen Energieverlusts vernachlässigt werden kann. Die maximalen Energieverluste werden bei der Bestrahlung mit Uranionen der Energie 1,7 GeV erreicht. Im Maximum des Kurvenverlaufs (Bragg Peak) beträgt der Energieverlust in diesem Fall 57 keV/nm.

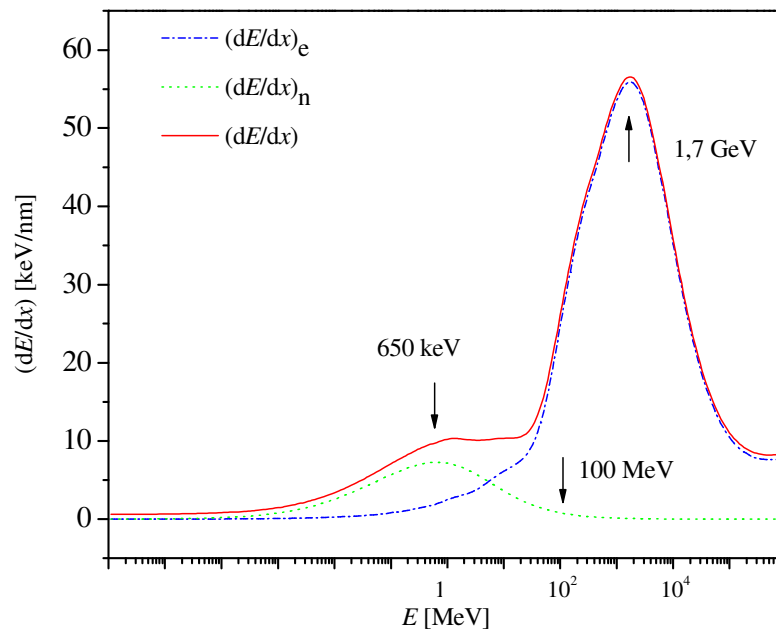


Abb. 1.3: Abhängigkeit des Energieverlusts (dE/dx) von der kinetischen Energie des U-Ions. Für Projektilenergien größer als 100 MeV kann der Anteil des nuklearen Energieverlusts vernachlässigt werden

Der elektronische Energieverlust $(dE/dx)_e$ und der nukleare Energieverlust $(dE/dx)_n$ sowie die mittlere Reichweite für Ionen in Materie in dieser Arbeit wurde mit Hilfe des Simulationsprogramms SRIM03-Code (The Stopping and Range of Ions in Matter) berechnet [Biersack80], [Ziegler85].

Ionen im elektronischen Energieverlustbereich erzeugen in vielen Materialien, insbesondere in Nichtleitern, Teilchenspuren. Die verschiedenen Materialklassen haben unterschiedliche Empfindlichkeiten und benötigen zur Spurbildung mehr oder weniger hohe Energieverluste (s. Kap. 1.4). Bei ausreichend hohen (dE/dx) -Werten ist die Schädigungsmorphologie entlang der Spuren zylinderförmig, bei geringeren (dE/dx) diskontinuierlich, der Durchmesser der Teilchenspuren beträgt ca. 10 nm, wohingegen die Länge von der Teilchenenergie abhängt (ca. 100 μm für GeV-Ionen). Mit steigendem Energieverlust nimmt der Durchmesser in der Regel zu, Details hängen jedoch vom Material ab.

Die Entstehung von Ionenspuren im elektronischen Energieverlustbereich ist noch nicht vollständig verstanden. Die Ionenprojekte regen primär das elektronische System des Festkörpers an, die gebildete Teilchenspur besteht jedoch aus verschobenen Atomen und Veränderungen des Gitters. Im Folgenden werden die beiden am häufigsten diskutierten

Spurbildungsmodelle kurz vorgestellt: Das „Ionen-Explosions“- und das „Thermal-Spike“-Modell.

Das „Thermal-Spike“-Modell [Seitz56], [Toulemonde92], [Toulemonde93] basiert auf der Annahme, dass beim Durchtritt von hochenergetischen Teilchen die durch die elektronische Anregung übertragene Energie sehr schnell in thermische Gitterenergie in einem räumlich begrenzten Volumen umgesetzt wird. Dieses Volumen wird auf hohe Temperaturen erhitzt. Nach den Modellvorstellungen werden nur in solchen Materialien Spuren gebildet, für die die Schmelztemperatur überschritten wird. Der anschließende Abkühlungsprozess ist extrem schnell, so dass die flüssige Phase eingefroren wird.

Das „Ion-Explosion“-Modell erklärt die Entstehung von Defekten durch eine „Coulomb-Explosion“ [Fleischer65], [Klaumünzer86], [Lesueur93]. In der nahen Umgebung ihrer Flugbahn ionisieren die Ionen das Material. Es entstehen positiv geladene Gitteratome, die sich gegenseitig abstoßen, vorausgesetzt die Zeit bis zur Rekombination mit freien Elektronen ist vergleichbar mit der Schwingungsdauer von Kristallgitter. Entlang der Ionentrajektorie entsteht ein Gebiet mit einer sehr hohen Konzentration von Leerstellen, umgeben von einem Bereich mit Zwischengitteratomen.

1.4 Einfluss schwerer Ionen auf metallische Werkstoffe

Die Bildung von Ionenspuren und die Entstehung von Defekten durch die Bestrahlung mit hochenergetischen Schwerionen wurden in den vergangenen Jahren im Detail untersucht [Neumann06]. Metalle sind im Allgemeinen weniger empfindlich gegenüber elektronischer Anregung durch schwere Ionen als isolierende Materialien.

Bei der Bestrahlung metallischer Werkstoffe mit schnellen schweren Ionen wurden folgende Effekte beobachtet: das so genannte anisotrope Wachstums-Phänomen bei amorphen Metallen [Klaumünzer83], [Klaumünzer86], [Audouard87], [Trautmann93]; Amorphisierung spezieller intermetallischer Verbindungen [Audouard90], [Barbu91]; Phasenumwandlung [Dammak93] und Bildung von Gebieten mit hohen Konzentrationen an Defekten in wenigen reinen Metallen (z. B. Fe [Dunlop89], Zr und Ti [Dammak93]).

In Rahmen des „Thermal-Spike“-Modells (s. Kap. 1.3) wurde die Empfindlichkeit der Metalle gegenüber dem elektronischen Energieverlust analysiert [Wang94]. Die Empfindlichkeit ist generell von der Schmelztemperatur T_m der Legierung abhängig; je kleiner T_m ist, desto weniger Energie benötigt man für das Aufschmelzen. Außerdem sind Metalle mit stärkerer Elektron-Phonon-Kopplung empfindlicher. Die Elektron-Phonon-

Kopplung g ist proportional zu T_D^2 , z^2 und $1/K_e$, wobei T_D die Debye-Temperatur, z die Zahl der Valenzelektronen und K_e die thermische Leitfähigkeit ist [Dufour96]. Laut Thermal-Spike Rechnungen sind folgende Materialien bezüglich einer Bestrahlung mit U-Ionen einer Energie von 1,2-GeV empfindlich: Be, Sc, Ti, V, Cr, Mn, Ga, Re und Bi. Nb liegt direkt unterhalb der Empfindlichkeitsgrenze.

In Cu, Ag [Iwase92] und Cu₃Au [Dunlop92] wurden keine strukturellen Umwandlungen festgestellt. In NiZr₂ [Barbu91] und TiNiCu [Zu03] wurden amorphisierte Spurbereiche beobachtet. In reinem Fe, Zr [Legrand92], Ni [Iwase88], Bi [Dufour93], Co [Dunlop93] und FeCrNi-Legierung [Dimitrov93] ist die Bildung von Gebieten mit hoher Defektkonzentration nachgewiesen.

Bisherige Untersuchungen an Ionen-bestrahlten NiTi-Formgedächtnislegierungen (Ni-49,5 At.-% Ti) wurden bei 10, 85 und 300 K durchgeführt [Barbu98]. Diese Legierung ist von großem Interesse, weil abhängig von der thermomechanischen Bearbeitung bei einer gegebenen Temperatur zwei unterschiedliche kristallographische Formen auftreten: Martensit und Austenit. Außerdem ist diese Legierung relativ leicht amorphisierbar. Bei der Bestrahlung mit $(dE/dx)_e \geq 46$ keV/nm entstanden Spuren in martensitischen Proben, dagegen wurden in der austenitischen Struktur keine Spuren beobachtet. Für $(dE/dx)_e \geq 40$ keV/nm sind die Spuren im Martensit im Zentrum der Ionenspur amorph, am Rand der Ionenspur bildet sich eine austenitische Struktur. Die Größe der amorphisierten Zone verringert sich mit abnehmendem $(dE/dx)_e$. Bei $(dE/dx)_e = 32$ keV/nm zeigen die Spuren nur austenitische Struktur. Bei $(dE/dx)_e \leq 17$ keV/nm wurden keine Spuren detektiert. Auf Grund der Untersuchung wird angenommen, dass für die Entstehung von Spuren die kristallographische Struktur enorm wichtig ist. Die Temperatur der Bestrahlung und die chemische Zusammensetzung der Legierung spielen dabei keine entscheidende Rolle.

Auch in Ti, das mit Xe-, Ta- und Pb-Ionen ($(dE/dx)_e \geq 25$ keV/nm) bei 15 und 90 K bestrahlt wurde, wurden Gebiete mit hoher Konzentration von Versetzungsschleifen, die entlang der Strahlrichtungen ausgerichtet sind, festgestellt [Henry92]. Für Bestrahlungstemperaturen unterhalb von 80 K und Energieverlusten $(dE/dx)_e \geq 33$ keV/nm findet in reinem Ti (hcp) eine Phasenumwandlung statt, allerdings werden hierfür sehr hohe Fluenzen (1×10^{12} Ionen/cm²) benötigt. Außerdem wurde eine Phasenumwandlung der α -Ti-Phase in die ω -Ti-Hochdruckphase nachgewiesen [Dammak96], [Dammak98].

Auf Grund von Experimenten an Ti, Fe, Zr und Bi wird vermutet, dass metallische Werkstoffe, die eine Phasenumwandlung bei Hochdruck zeigen, empfindlich gegenüber

Ionen-Bestrahlung im elektronischen Energieverlustbereich sind [Dammak96]. Außerdem wird diese Tatsache als eine Bestätigung des Coulomb'schen Modells betrachtet (s. Kap. 1.3). Eine Phasenumwandlung durch Hochdruck ist üblicherweise displaciver Art. Eine solche Umwandlung erfordert eine starke Deformation, die durch die Druckwelle erzeugt werden kann, welche beim Durchtritt eines hochenergetischen Ions durch Materie generiert wird.

1.5 Strahlungsinduzierte Veränderungen der kritischen Supraleitungsparameter

In den 70er bis Ende der 80er Jahre wurden an NbTi-Legierungen zahlreiche Untersuchungen von durch Teilchenbestrahlung erzeugten Veränderungen durchgeführt. Hierbei wurden hauptsächlich leichte Projektile (Protonen, Neutronen, Deuteronen) aber auch einige mittelschwere Ionen (Sauerstoff, Bor, Phosphor) im Energiebereich von 100 keV bis 30 GeV angewandt. Es wurden vier charakteristische Größen der Supraleitung als Funktion der Ionenfluenz gemessen: der kritische Strom (I_c), die kritische Temperatur (T_c), das obere kritische magnetische Feld (H_c) und der elektrische spezifische Widerstand (ρ). In Tabelle 1.5 sind Ergebnisse dieser Experimente kurz zusammengefasst. Auch die experimentellen Daten für Bestrahlungen an reinem Cu sind in den letzten beiden Zeilen aufgeführt.

Tabelle 1.5: Von anderen Autoren durchgeführte Untersuchungen an NbTi-Legierungen und reinem Kupfer. Erste Spalte: chemische Zusammensetzung der Legierung und die Form der Probe; zweite Spalte, experimentelle Bedingungen: Teilchenart, -energie, maximale erreichte Ionenfluenz und Temperatur während der Bestrahlung; dritte Spalte, Messbedingungen: Temperatur und magnetisches Feld, bei denen die Messung erfolgte; vierte Spalte, Ergebnisse: relative Fehler des kritischen Stromes - das Kennzeichen ($\uparrow RT \downarrow$) bedeutet, dass die Probe nach dem Experiment und vor der Messung der physikalischen Größen auf Raumtemperatur (RT) erwärmt wurde, absolute Fehler der Sprungtemperatur, relative Fehler des spezifischen Widerstandes und des oberen kritischen Feldes, fünfte Spalte: Literaturquelle

Probe	Experiment	Messung	$\delta I_c = -(I_c - I_{c0})/I_{c0}, \%$ $\Delta T_c = (T_c - T_{c0}), K$ $\delta \rho = (\rho - \rho_0)/\rho_0, \%$ $\delta H_c = (H_c - H_{c0})/H_{c0}, \%$	Quelle
I	II	III	IV	V
Nb-64 At.-% Ti MD*	Elektronen 1 MeV $1 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ 3 K	4,2 K 4 T	$\delta I_c = 0$	[Schweitzer72]

I	II	III	IV	V
Nb-45 Gw.-% Ti MD	Neutronen > 0,1 MeV $2,2 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ < 6 K	4,5 K von 2 T bis 5 T	$\delta I_c = 2$	[Birtcher81]
NbTi	Neutronen > 0,1 MeV $1 \cdot 10^{25} \text{ cm}^{-2}$ 6 K	4,2 K 5 T	$\delta I_c = 5$ ($\uparrow RT \downarrow$)	[Weber82]
Nb-44 Gw.-% Ti	Neutronen > 0,1 MeV $3,2 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ 4,5 K 0,67 T	4,5 K 0,67 T	$\delta I_c = 8$, $\delta I_c = 4$ ($\uparrow 270 \text{ K} \downarrow$)	[Brown74]
Nb-50 Gw.-% Ti MD	Neutronen > 0,1 MeV $4 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ 4,6 K	5,3 K 5 T	$\delta I_c = 11$ $\delta I_c = 11$ ($\uparrow 60 \text{ K} \downarrow$), $\delta I_c = 0,5$ ($\uparrow 200 \text{ K} \downarrow$) $\delta I_c = -20$	[Soell75]
NbTi*** MD	Neutronen > 1 MeV 10^{19} cm^{-2} 77 K	4,2 K 2 T 4 T 6 T	$\delta I_c = 27$ $\delta I_c = 26$ $\delta I_c = 23$ $\delta I_c = 10$ ($\uparrow 300 \text{ K} \downarrow$)	[Couach75]
Nb-48 Gw.-% Ti MD	Neutronen > 1 MeV $1,2 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-2}$ 333 K	4,2 K 1 T 2 T 4 T	$\delta I_c = 29$ $\delta I_c = 27$ $\delta I_c = 18$	[Parkin75]
Nb-45 Gw.-% Ti MD	Neutronen 14,8 MeV $6-8 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ 4,2 K	4,2 K 4 T	$\delta I_c = 3$ $\Delta T_c = 0,6$	[Konynenburg81]
Nb-47 Gw.-% Ti MD	Neutronen $4,2 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ 4,2 K 8 T	4,2 K 8 T	$\delta I_c = 16$	[Okada78]
Nb-50 Gw.-% Ti MD	Protonen 3,1 MeV $1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ 25 K	4,2 K 4 T	$\delta I_c = 19$, $\delta I_c = 8$ ($\uparrow 285 \downarrow$) $\Delta T_c = 0,2$	[Wohlleben73]

I	II	III	IV	V
Nb-44 Gw.-% Ti MD	Protonen 13-15 MeV $1 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ < 30 K	4,2 K 4 T	$\delta I_c = 3$	[Hassenzahl71]
Nb-45 Gw.-% Ti MD	Protonen 30 GeV $1,5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ 4,2 K	4,2 K 4 T	$\delta I_c = 14, \delta I_c = 4 (\uparrow \text{RT} \downarrow)^*$	[Snead77]
Nb-61 Gw.-% Ti Band	Deuteronen 15 MeV 10^{17} cm^{-2} 30 K	30 K	$\delta I_c = 20, \delta I_c = 5 (\uparrow \text{RT} \downarrow)$ $\Delta T_c = 0,2, \Delta T_c \sim 0 (\uparrow \text{RT} \downarrow)$ $\delta H_c = 13, \delta H_c = 1 (\uparrow \text{RT} \downarrow)$	[Coffey67]
NbTi ^{***} MD	Deuteronen 50 MeV $3 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ RT	4,2 K 1-4 T 3-4 T	$\delta I_c = 5$ $\delta I_c = 10$	[Maurer72]
Nb-44 Gw.-% Ti	Deuteronen 50 MeV $3,5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ 10 K	4,2 K 5 T	$\delta I_c = 0$ $\Delta T_c \sim 0$	[Seibt75]
Nb-50 Gw.-% Ti Folie	Sauerstoffionen 25 MeV $3 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ <30 K	6 K 2-5 T	$\delta I_c = 27$ $\Delta T_c = 0,14$ $\delta \rho = -7$	[Schmelz77]
Nb- 50 Gw.-% Ti Band	Bor, Phosphor 300 keV $1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$	Reduzierung der Textur von β -NbTi-Phase und Entstehung von α -Ti-Ausscheidungen entlang der β -NbTi-Struktur		[Ogawa97]
Cu 99,95 %	Neutronen 14,8 MeV $6 \cdot 8 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ 4,2 K	4,2 K 4 T	$\delta \rho = -300$ $\delta \rho = -50 (\uparrow \text{RT} \downarrow)$	[Konynenburg81]
Cu	Neutronen >0,1 MeV $4,5 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ 4 und 330 K	10 T 4 K 330 K	$\delta \rho = -90$ $\delta \rho = -20 (\uparrow \text{RT} \downarrow)$ $\delta \rho = -100$	[Williams79]

*MD - Multifilamentäre Drähte, ** ($\uparrow \text{RT} \downarrow$) – Ausheilung auf Raumtemperatur, oder bis zu einer anderen in Klammern angegebenen Temperatur, *** - Zusammensetzung der Legierung nicht angegeben

Aus Tabelle 1.5 kann man entnehmen, dass durch die Teilchenbestrahlung im Allgemeinen der kritische Strom, die kritische Temperatur und das obere kritische Feld abnehmen und der spezifische Widerstand ansteigt. Der kritische Strom verringert sich durch die Bestrahlung auf maximal 30 %. Sind während der Bestrahlung hohe magnetische Felder angelegt, so sind die Schäden geringer [Couach75], [Parkin75], [Maurer72]. Die kritische Temperatur verändert sich maximal um 0,6 °C [Konynenburg81]. Außerdem wurde eine Reduzierung des oberen kritischen magnetischen Feldes um maximal 13 % gemessen [Coffey67]. Der spezifische Widerstand wächst mit der Teilchenfluenz. Beim Aufwärmen zur Raumtemperatur heilen die entstandenen Schäden aus und die supraleitenden Parameter tendieren wieder zu den ursprünglichen Werten. Der Verlauf der Messgrößen I_c , T_c , H_c und ρ in Abhängigkeit von der Fluenz ist nicht eindeutig. Manchmal strebt der Messwert oberhalb einer bestimmten Teilchenfluenz zur Sättigung [Snead77]. In anderen Fällen erreicht er bei gleich hoher Fluenz ein Maximum, fällt danach ein bisschen ab und strebt dann zu einem konstanten Wert [Schmelz77].

Frühere Untersuchungen wurden im Wesentlichen mit Elektronen, Neutronen und Protonen durchgeführt. Die durch die Bestrahlung entstehenden Schäden und die resultierenden Konfigurationen von Defekten sind stark von der Art der Bestrahlung, der Energie der beschleunigten Teilchen und den Umgebungsbedingungen, wie Temperatur und Druck, abhängig [Schilling78]. Eine theoretische Einführung und mögliche Veränderungen durch die Wechselwirkung schwerer Ionen mit Metallen sind in Kapitel 1.3 und 1.4 dargestellt. Im Fall der Bestrahlung mit Elektronen und Neutronen werden die Defekte infolge elastischer Stoßprozesse erzeugt. Bei der Bestrahlung mit ausreichend schnellen Elektronen (mehrere MeV) können in Metallen isolierte Frenkel-Defekte erzeugt werden, bestehend aus Zwischengitteratomen und Leerstellen. Die Schäden, die durch Stöße mit schnellen Neutronen ($E > 0,1$ MeV) entstehen, treten in Form von Defektkaskaden auf. Bei tiefen Temperaturen ($\sim 4,2$ K) sind die Defekte ziemlich unbeweglich. Durch Ausheilen setzen sich die Defekte in Bewegung, dabei finden Umordnungs-, Aggregations- und Annihilationsprozesse statt. Auch die Bildung von Defektclustern wird ermöglicht und es entstehen komplexere Defekte wie Leerstellencluster, Versetzungen, Versetzungswände, Stapelfehler und neue Grenzflächen. Diese Defekte führen zu lokalen Veränderungen der metallographischen und auch magnetischen Mikrostruktur (Flussschlauchgitter), so dass sich die supraleitenden Eigenschaften der Legierung verändern können. Die strahlinduzierten

Defektkaskaden und/oder die Defektcluster wechselwirken mit den Flussschlauchgittern und wirken als Haftzentren [Sekula78], [Schilling78].

Das Ansteigen des Widerstandes durch die Bestrahlung wird grundsätzlich mit der wachsenden Defektkonzentration und nicht durch die Anordnung der Defekte erklärt. Die freie Weglänge der Elektronen verkleinert sich mit größerer Defektzahl, so dass der Widerstand zunimmt.

Die Reduzierung des kritischen Stroms I_c bei niedrigerer Dosis (etwa 0,01 dpa^{*}) ist hauptsächlich durch die Veränderungen von B_{c2} und des Ginzburg-Landau-Parameters k (Kap. 1.1, Gl. 1.1.1) hervorgerufen, bei hoher Dosis ist vermutlich die veränderte Konfiguration von Haftzentren dafür verantwortlich [Schmelz77]. Dies wird mit dem Nachlassen der Pinning-Kräfte an den Grenzflächen erklärt. k des Kristallkorns wächst relativ zu k der Grenzflächen [Snead77], [Snead78], [Hampshire72]; dadurch werden die Pinning-Kräfte der Grenzflächen schwächer [Dew-Hughes74].

Die möglichen Veränderungen des kritischen Stroms I_c während der Bestrahlung sind auch sehr stark von der vorherigen metallurgischen Geschichte der NbTi-Legierung abhängig. Ein Anstieg des kritischen Stroms I_c in Folge der Bestrahlung (20 % Steigerung) wurde nur in einem Fall beobachtet [Söll75], in dem die Probe keine α -Ti-Ausscheidungen hat und somit die Grenzflächendichte sehr gering war. Dadurch ist das Grenzflächen-Pinning sehr klein und verglichen mit anderen Legierungen ist demnach auch der kritische Strom I_c niedrig. Die durch die Bestrahlung entstandenen Defektkaskaden im Kristallkorn wirken als zusätzliche Haftzentren, so dass die supraleitenden Eigenschaften der Legierung durch die Erhöhung von I_c verbessert werden [Söll75]. Im Allgemeinen ist Pinning durch Defektkaskaden vernachlässigbar schwach im Vergleich mit Pinning durch Versetzungen im Korn und an Grenzflächen [Sekula78]. In Legierungen mit hohem I_c , wird Pinning hauptsächlich durch Versetzungswände hervorgerufen. Die durch Bestrahlung eingebauten Defektkaskaden wirken zerstörerisch und die magnetischen Flussschläuche werden auf diesen neuen Haftzentren festgehalten [Sekula78]. Experimentell ist bestätigt, dass Legierungen mit α -Ti-Ausscheidungen als Haupthaftzentren durch Bestrahlung weniger Schaden nehmen als Legierungen mit anderen Pinning-Mechanismen [Weber82].

^{*}dpa - displacements per target atom [Weaver02]

Bezüglich der strukturellen Veränderungen stellte man bei den Bestrahlungen von NbTi-Bändern mit 300 keV-Ionen eine Reduzierung der Textur der β -NbTi-Phase fest. Gleichzeitig traten α -Ti-Ausscheidungen entlang der β -NbTi-Struktur auf [Ogawa97].

Nach der Bestrahlung mit 14,8-MeV Neutronen bei 4,2 K stieg der spezifische Widerstand in hochreinem Cu auf 300 %, nach einer Ausheilung bis zur Raumtemperatur blieben nur 50 % des erzeugten Schadens erhalten [Konynenburg81]. Bestrahlung von Cu mit $E > 0,1$ -MeV Neutronen bei 4 K führte zum Anstieg des spezifischen Widerstandes um 90 %. Nach Ausheilung zur Raumtemperatur sind nur ca. 20 % der strahlinduzierten Schäden verblieben [Williams79]. Bei TEM-Untersuchungen an einer mit 230-MeV Ne und 440-MeV Ar bestrahlten 30 μm dicken Cu-Folie (Fluenz $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) wurden drei Typen von Defektclustern beobachtet: Stapelfehler, sowie kleine Cluster von Zwischengitteratomen und Versetzungsschleifen. Insgesamt zeigt Cu eine sehr hohe Beständigkeit gegen Bestrahlung [Dufour96].

2 Experimentelle Messtechniken

2.1 Beschleuniger-Anlage

Die Bestrahlungsexperimente wurden an den Beschleunigeranlagen der GSI durchgeführt (Abb. 2.1). Es stehen Ionenstrahlen aller Elemente von He bis U zur Verfügung mit Energien zwischen 1,4 und ca. 13 MeV pro Nukleon (MeV/u) am UNILAC und bis zu 2 GeV/u am SIS [CDR02]. Von der Ionenquelle kommend werden die geladenen Ionen in elektrischen und magnetischen Feldern zu einem Strahl gebündelt und vom 120 m langen UNILAC auf Geschwindigkeiten bis zu etwa 20 % der Lichtgeschwindigkeit beschleunigt. Mit diesen Ionenstrahlen werden die Experimente in der UNILAC-Experimentierhalle bedient. Ein Teil des UNILAC-Strahls wird in das SIS injiziert und dort je nach Bedarf auf Werte von maximal ca. 90 % der Lichtgeschwindigkeit beschleunigt. Der hochenergetische Ionenstrahl vom SIS wird in die große Experimenthalle weitergeleitet, wo Experimente auf verschiedenen Gebieten von Kern- und Atomphysik über Plasma- und Materialforschung bis hin zu Biophysik und Krebstherapie stattfinden.

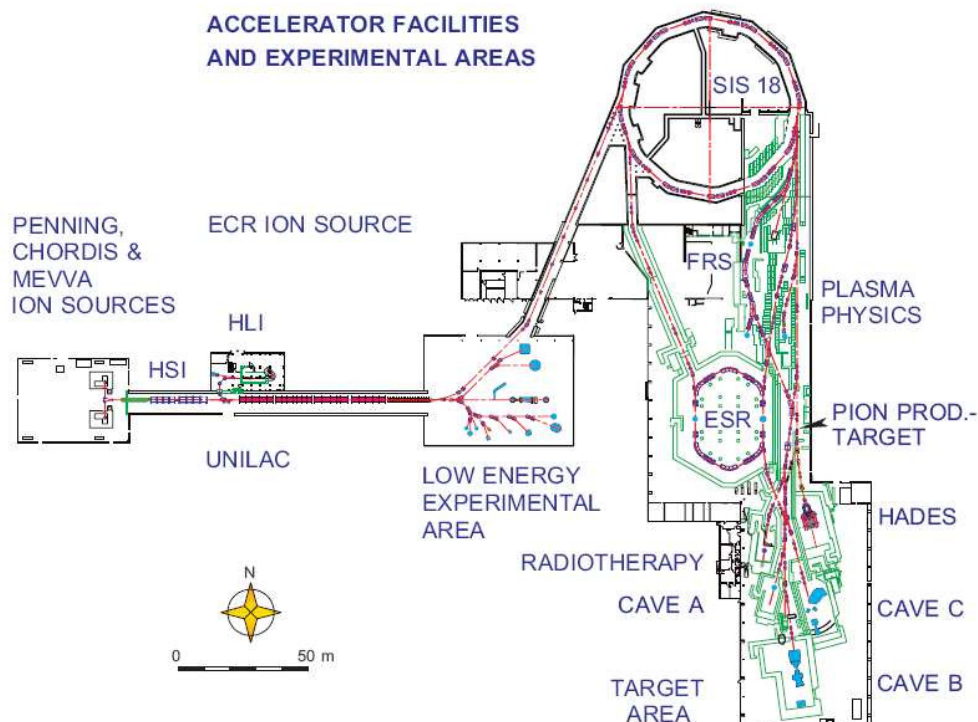


Abb. 2.1: Lageplan der existierenden Beschleunigeranlage an der GSI

Die hier beschriebenen Experimente wurden größtenteils am Strahlplatz X0 in der UNILAC-Halle durchgeführt. Die Proben werden durch ein Schleusensystem ins Vakuum (etwa 1×10^{-6} mbar) an die Bestrahlungsposition gebracht. Ein Kryostat erlaubt Bestrahlungen bei Temperaturen zwischen 8 und 300 K. Um eine Fläche von $5 \times 5 \text{ cm}^2$ möglichst homogen zu bestrahlen, wird der anfangs kollimierte Strahl durch Quadrupolmagnete aufgeweitet. Zur Strahldiagnose wurden folgende Elemente verwendet: Leuchtschirme (mit ZnS beschichtetes Aluminiumblech oder eine Aluminiumoxid-Keramik), Faraday-Tasse, ein Sekundär-Elektronen-Transmissions-Monitor (SETRAM), sowie ein Satz von Polycarbonat-Folien. Die Leuchtschirme dienen mittels einer Kamera zur Sichtbarmachung des Strahls, so dass durch Feinjustage eine homogen ausgeleuchtete Probenfläche eingestellt werden kann. Die absolute Teilchenflussdichte des Strahles wird durch die Messung des Ionenstromes durch eine definierte Vorblende in der Faraday-Tasse bestimmt. Da der Ladungszustand der im Strahl transportierten Ionen beschleunigerseitig festliegt, lässt sich aus dieser Stromstärke direkt der Teilchenfluss errechnen. Da die Ionen während einer Probenbestrahlung in der Probe gestoppt werden, kann die Strommessung mittels Faraday-Tasse nicht als Online-Messmethode verwendet werden. Als Monitor während der Bestrahlung dient daher der für den Ionenstrahl transparente SETRAM, bestehend aus 3 jeweils etwa $1 \text{ }\mu\text{m}$ dicken Aluminiumfolien. Dieser SETRAM-Detektor befindet sich vor der zu bestrahlenden Probe. Beim Durchgang der Ionen durch die Al-Folien werden Sekundärelektronen erzeugt, die durch Anlegung einer Spannung abgesaugt und als Strom aufgezeichnet werden. Dieser Strom ist zur transmittierten Ionenzahl in weiten Bereichen proportional, muss jedoch über die Faraday-Tassen Messung kalibriert werden. Schließlich wird zur Kontrolle der Strahlhomogenität eine Testbestrahlung durchgeführt, wobei eine Polymerfolie typischerweise mit einer Fluenz zwischen 5×10^9 und 10^{10} cm^{-2} bestrahlt wird, um durch die Braunfärbung eine zusätzliche visuelle Kontrolle der Homogenität durchzuführen. Bei guter Strahleinstellung variiert die Strahlintensität über die maximale bestrahlte Fläche von 25 cm^2 um etwa $\pm 20 \%$. Der maximal einsetzbare Ionenfluss (Ionen pro Fläche und Zeit) hängt vom Targetmaterial ab und liegt bei sehr schweren Ionen ($\geq \text{Au}$) für Isolatoren etwa bei $1\text{-}2 \times 10^8 \text{ Ionen} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$, beim Überschreiten dieses Wertes kann die Probe thermisch stark belastet werden.

Für Bestrahlungsexperimente bei tiefen Temperaturen wurde am Strahlplatz X0 ein zweistufiger Helium-Refrigerator-Kühlkopf (Leybold RGD 5/100 TA) mit einem geschlossenen Helium-Kreislaufsystem verwendet. Helium wird bis auf etwa 16 bar komprimiert und schnell entspannt, wodurch sich eine gut kontaktierte Kupferstange an der Kontaktstelle bis minimal 4,2 K abkühlt. Um Wärmeeinstrahlung weitgehend zu unterbinden,

wird dieser zentrale Kupferzylinder von einem auf etwa 80 K gekühlten Kupfertubus umgeben. Der Probenhalter wird auf dem Kupferzylinder montiert und ebenfalls durch einen tassenförmigen Kupferschild vor Infrarotstrahlung geschützt. Eine in dieser Kupfertasse eingefräste Öffnung gewährt dem Ionenstrahl Zugang zur Probe. Eine Widerstandsheizung kann durch eine Regelelektronik so betrieben werden, dass die Messwerte zweier Temperaturfühler in Probennähe bis auf etwa ± 50 mK konstante Werte anzeigen, die mit einem vorher eingestellten Temperatursollwert im Bereich zwischen etwa 10 und 300 K mit Abweichungen von weniger als 0,1 K übereinstimmen. Die minimale Temperatur am Ort der Probe beträgt - je nach durch den Ionenstrahl eingetragener Leistung - 6-8 K. Der gesamte Kühkopf lässt sich vertikal aus dem Strahlrohr verfahren, so dass die Probe im kalten Zustand in den Ionenstrahl hinein - oder aus dem Strahl herausbewegt werden kann.

Im Gegensatz zum UNILAC, werden Bestrahlungsexperimente in Cave A am SIS typischerweise an Luft durchgeführt. Dies ist ohne Probleme möglich, da die Reichweite der verwendeten hochenergetischen Ionen an Luft einige Meter beträgt. Der Abstand zwischen dem Ausgangsfenster des Vakuumsystems und der Probe betrug ca. 45 cm. Die Kontrolle des Ionenstroms wird auch am SIS mit Hilfe eines SETRAM-Detektors durchgeführt, der hier allerdings mittels Ionisationskammer kalibriert werden muss, da keine Faradaytasse das vollständige Auffangen der gesamten Ladung eines Ionenstrahls so hoher Energie gewährleisten könnte.

2.2 Experimenteller Teil

Das für diese Untersuchung zur Verfügung stehende Probenmaterial ist in Tabelle 2.2.1 dargestellt, wobei die erste Spalte die Probe bezeichnet. Die zweite Spalte enthält das Verhältnis der Volumenanteile der Cu-Ummantelung zur NbTi-Legierung. Die chemische Zusammensetzung der Legierung (dritte Spalte) ist mittels induktiv-gekoppelter Plasma-Emissionsspektrometrie ermittelt. Hierfür wurden die Filamente mit Königswasser ($3\text{HCl}+\text{HNO}_3$) aufgelöst. Die Konzentration der α -Ti-Phase (Spalte 4) wurde mit der im Kapitel 3.1.1 beschriebenen Röntgenbeugungsmethode bestimmt. Hierzu ist anzumerken, dass wegen der vorhandenen Textur der Filamente und der geringen Zahl von Beugungsreflexen die Bestimmung der Konzentration der α -Ti-Phase mit Röntgenbeugung grundsätzlich nicht besonders zuverlässig ist. In den letzten drei Spalten von Tabelle 2.2.1 sind die Durchmesser der Drähte (d_d) und Filamente (d_f) sowie die Zahl der Filamente in

einem Draht (N_f) angegeben. Lichtmikroskopisch aufgenommene Querschnitte der Drähte sind in Abbildung 1.2.1 dargestellt.

Tabelle 2.2.1: Wichtigste Charakteristika des zu untersuchenden Probenmaterials

Probe	Cu/NbTi	Legierung	α -Ti, Gw.-%	d_d , mm	d_f , μm	N_f
<i>Nuclotron</i>	2:3	Nb-40 Gw.-% Ti	~3	0,5	6	2970
<i>Walter4</i>	1:2,3	Nb-38 Gw.-% Ti	~3	0,8	8	6066
<i>3N7TM3*</i>	1:1,29	-	-	0,42	3,4	6254
<i>Walter1</i>	1:2	Nb-47 Gw.-% Ti	~6	0,8	15	1230
Folie**	-	Nb-37 Gw.-% Ti	0	Foliendicke = 20 μm		

Das Ziel der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Experimente ist es, mögliche Veränderungen der Struktur sowie der elektrischen und supraleitenden Eigenschaften dieser Drähte durch Schwerionenbestrahlung aufzuklären. In technischer Form liegen die zu untersuchenden supraleitenden Drähte als gebündelte NbTi-Filamente in einer Kupfermatrix vor. Neben der mechanischen Stabilisierung, dient die Matrix zur verhältnismäßig niederohmigen elektrischen Leitung bei Temperaturen oberhalb der Sprungtemperatur des dann normalleitenden NbTi-Filamentgeflechts im Kern des Drahtes. Da sich das Interesse in erster Linie auf die für die supraleitenden Eigenschaften verantwortlichen Bestandteile konzentriert, wurden die Filamente aus der Matrix herausgelöst. Das Kupfer der Matrix wurde dazu in wässriger FeCl_3 -Lösung aufgelöst. Die so erhaltenen Filamente wurden am UNILAC bei Raumtemperatur und kryogenen Temperaturen bestrahlt und anschließend *ex-situ* mit Röntgenbeugung untersucht. Als Vergleichsmaterial wurden teilweise auch NbTi-Folien identisch bestrahlt und analysiert. Einen Hinweis auf den dosisabhängigen Verlauf der Defektbildung, sowie eine mögliche Änderung der kritischen Temperatur können *in-situ* Messungen des Widerstandes am *Nuclotron*-Filament liefern. Derartige Messungen wurden bei genau definierten Temperaturen zwischen 7 und 10 K, also um die Sprungtemperatur herum, am UNILAC sowie bei Raumtemperatur am SIS durchgeführt.

*Probe und deren technische Charakteristika sind von European Advanced Superconductors GmbH & Co. KG (EAS) in Hanau (Deutschland) zur Verfügung gestellt worden

**freundlicherweise von JINR Dubna, Russland zur Verfügung gestellt

Die für die Strukturuntersuchung vorgesehenen Proben wurden auf einem $5\text{ cm} \times 5\text{ cm}$ großen Aluminiumplättchen befestigt. Dabei wurden die Enden von etwa 2 cm langen Filamenten nebeneinander mit Hilfe eines beidseitigen Klebebandes fixiert, so dass sich nicht mehr als drei Filamente überlagerten. Da die Proben mit sehr hohen Fluenzen bestrahlt wurden, mussten die weniger strahlungsresistenten Klebstellen zusätzlich mit einer $200\text{ }\mu\text{m}$ dicken Al-Folie gegen die Strahlung abgeschirmt werden. Die NbTi-Folien wurden vor dem Aufbringen auf die Standard-Probenhalter zuerst an einem Blech befestigt, das für die vorgesehene Röntgenbeugungsuntersuchung als geeignetes Substrat verwendet werden konnte. Zur Bestrahlung wurden die Proben mit Al-Folien bedeckt, deren Dicke die primäre Energie des Ionenstrahls soweit reduziert, dass das Bragg'sche Maximum des Energieverlusts (s. Kap. 1.3) im jeweiligen Probenmaterial auftritt. Die benötigte Dicke dieser Abbremsfolie wurde mit Hilfe des SRIM-03 Codes [Biersack80], [Ziegler85] abgeschätzt.

Für die *in-situ Widerstandsmessungen* an einzelnen Filamenten im Kryostat am Strahlplatz X0 wurde ein spezieller Probenhalter konstruiert (s. Abb. 2.2.1). Die für effiziente Kühlung notwendige hohe Wärmeleitfähigkeit des Haltermaterials wird üblicherweise durch den Einsatz von Kupfer sichergestellt, jedoch muss die Halterung des Filaments selbst elektrisch isolierend erfolgen. Deshalb besteht der Probenhalter aus zwei Kupferteilen, die eine Anordnung von elektrisch isolierenden aber thermisch gut leitenden Saphirkristallen umschließen. Einer dieser Kristalle erstreckt sich über die gesamte Breite des Halters und trägt ein einzelnes, ebenfalls sich über die gesamte Breite des Halters ausdehnendes Filament. Zwei weitere, kürzere Kristalle pressen die beiden Enden des Filaments zusammen mit den elektrischen Kontakten auf den langen Substratkristall. Zwischen den beiden Endkristallen wurde das Filament bestrahlt. Für diesen Zweck ist eine etwa $1,5\text{ cm} \times 1,5\text{ mm}$ breite Aussparung in das dem Strahl zugewandte Kupferteil eingefräst. Beide Kupferteile werden miteinander verschraubt und pressen die filamenttragende Saphirkristallkonstruktion fest zusammen. Die Wärmeleitfähigkeit von Saphir beträgt $2400\text{ J/m}\cdot\text{s}\cdot\text{K}$ bei 10 K [Slack62]. Im Übrigen zeigt Saphir, was bei diesem Experiment eine wichtige Rolle spielt, eine sehr gute Strahlenresistenz [Berman60].

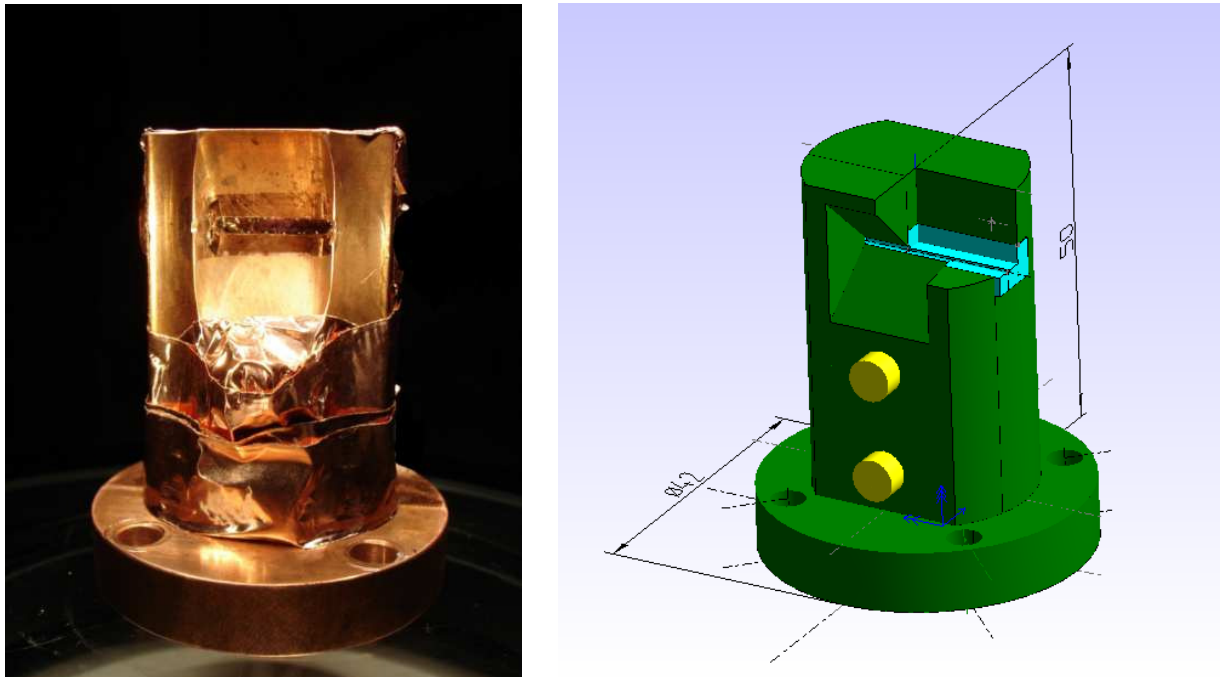


Abb. 2.2.1: Photoaufnahme und 3D ISO-Ansicht mit einem Viertelschnitt am oberen Teil des Probenhalters

Das Aufbringen des Filaments und der elektrischen Kontakte auf den Saphirsubstratkristall erfolgt in mehreren Schritten (Abb. 2.2.2): Zuerst wird ein Filament gestrafft und mittels zweier dünner 2-Komponenten-Epoxidharzklebflächen an beiden Enden des langen Saphirkristalls fixiert. An jedem dieser zwei Enden werden danach mittels Silberleitpaste zwei elektrische Kontakte präpariert, die mit isoliertem Golddraht per Anpressen der kleinen Saphirkristalle verbunden werden. Die Golddrähte werden auf der strahlabgewandten Seite aus dem Probenhalter herausgeführt und gehen auf dem restlichen Messweg in Kupferleitungen über.

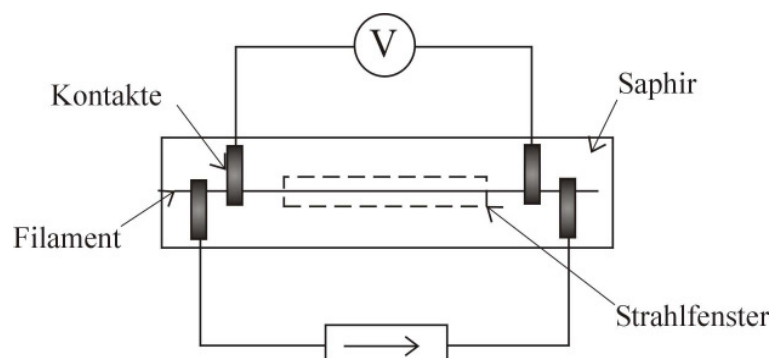


Abb. 2.2.2: Schematische Darstellung des Aufbaus von Widerstandsmessungen

Für die *in-situ* Widerstandsmessungen wurde ein Keithley 2400 SourceMeter eingesetzt, mit dem ferngesteuert Vierpunktmessungen durchführen werden können. Die Stromquelle ist mit den beiden äußeren Enden des Filaments verbunden, die beiden inneren

dienen zur Messung der durch den Strom aufgeprägten, über die Länge des Filaments abfallenden Spannung. Während der Bestrahlung werden alle 5 Sekunden 20 Spannungsmessungen in schneller Folge gemacht, wobei die angelegten Ströme in äquidistanten Schritten von einem maximalen (I_{\max}) bis zu einem betragsmäßig gleichen minimalen (I_{\min}) Wert verändert werden. Somit ergibt sich alle 5 Sekunden eine um 0 symmetrische Spannungs-Stromkennlinie. Die Grenzwerte des Stromes wurden von Experiment zu Experiment anders gewählt (Tab. 2.2.2). Hierbei war insbesondere zu beachten, dass einerseits die zu messende Spannung groß genug ist, um sie recht genau zu bestimmen, und dass das Filament andererseits nicht wesentlich resistiv erhitzt wird. Ein inhärentes Zeichen für die Erwärmung der Probe ist ein nichtlinearer Verlauf der Strom-Spannungs-Kurven, begründet durch den bei erhöhten Temperaturen größeren Widerstand des Filaments.

Zur Kontrolle der Temperatur werden zwei Siliziumdioden als Sensoren eingesetzt. Ein Thermosensor ist im Kryostaten an der Verbindungsstelle zwischen dem Probenhalter und dem massiven Kupferzylinder des Kryostaten fixiert. Ein zweiter Sensor ist direkt am Probenhalter in unmittelbarer Nähe zur Aussparung, durch die die Bestrahlung des Filaments erfolgt, angebracht. Die größtmögliche Nähe zum Filament minimiert dabei von thermischen Gradienten herrührende Temperatur-Messfehler. Die Diode wird durch eine dicke Kupferfolie vor dem Ionenstrahl geschützt. Der Temperaturunterschied zwischen beiden Messfühlern bei etwa 10 K beträgt etwa 0,5 K während der Bestrahlung. Die parallele Information von beiden Thermosensoren lässt auf mögliche experimentelle Fehler schließen. So kann zum Beispiel unterschieden werden zwischen dem Erwärmen der Probe durch den Energieeintrag der Bestrahlung einerseits, bei der der probennahe Sensor einen deutlich stärkeren Temperaturanstieg misst als der probenferne, und einem Erwärmen durch sinkende Kühlleistung des Systems andererseits, bei der beide Sensoren parallel erwärmt werden. Die Temperaturmessung läuft parallel zur Messung der Strom-Spannungs-Kennlinie in einem 5 Sekunden Takt.

Für jede U - I -Kennlinie, die einer bestimmten Strahlungsfluenz f und Temperatur T zugeordnet ist, wird durch lineare Regression ein Widerstandswert R und dessen Standardabweichung δR ermittelt. Um nun den Einfluss der geringen, langsamen Temperaturschwankung um den Sollwert auf den gemessenen Widerstand weitgehend zu eliminieren und somit den Widerstand allein als Funktion der Fluenz zu erhalten, wird eine im Schwankungsbereich näherungsweise lineare Abhängigkeit zwischen Widerstand und Temperatur angenommen, deren Proportionalitätsfaktor aus den Widerstandsmessdaten in den

Bestrahlungspausen bestimmt wurde. Anhand dieser linearen Annäherung wird der bei einer bestimmten Temperatur gemessene Widerstandswert auf die jeweilige, für das Experiment gewählte Solltemperatur korrigiert. Ausgeschlossen von dieser Behandlung ist das Experiment am 28.11.06 (s. Tab. 2.2.2), bei dem die Temperatur mit einer Abweichung von nur 0,005 K konstant gehalten werden konnte, sodass die Temperaturabweichungen nicht ins Gewicht fallen. Die so erhaltenen Ergebnisse werden als relative Änderung des spezifischen Widerstandes $\Delta\rho/\rho_0$ in Abhängigkeit von der Ionenfluenz dargestellt. Streng genommen gilt der hierfür benutzte Zusammenhang $\Delta\rho/\rho_0 = \Delta R/R_0$ nur unter der Annahme, dass sich die Ausmaße der Probe durch die Bestrahlung nicht ändern. Diese Annahme gilt laut [Dunlop89] nicht für Titan, da strahlinduzierte Längenänderungen eines Ti-Bandes beobachtet wurden. Möglicherweise enthalten demnach die dargestellten Widerstandskurven eine geometrische Komponente.

Der absolute Fehler der Widerstandswerte lässt sich für den Fall der linearen Annäherung an den Temperatursollwert laut Fehlerfortpflanzungsgesetz wie folgt abschätzen:

$$\Delta R = \bar{T} \left(\frac{1}{T} \delta R + \frac{R}{T^2} \delta T \right) ,$$

wobei \bar{T} - der Temperaturmittelwert, und δR bzw. δT die Standardabweichungen des Widerstandes und der Temperatur sind.

Alle Widerstandsmessungen wurden am Filament *Nuclotron* durchgeführt. In der Tabelle 2.2.2 sind einige experimentelle Parameter dargestellt: Art des Ionenstrahls, Datum der Bestrahlung, Messstromgrenze, Ionenfluenz, Temperatur und einige Bemerkungen zu Variationen des experimentellen Aufbaus. Die angegebenen Temperaturfehler sind relative Fehler, die zeigen, wie genau die Temperatur während des Experiments konstant gehalten werden konnte. Die absolute Messgenauigkeit der Sensoren und damit die Kenntnis der absoluten Temperatur der Probe lag etwa bei 0,1 K.

Tabelle 2.2.2: Strahl- und Messparameter der *in-situ* Widerstandsmessungen

Ion (Energie) Datum	I_{\max} & $-I_{\min}$, μA	Ionenfluss, $\text{Ionen} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$	Temperatur, K	Bemerkungen
U (2,7 GeV) 28.11.06	10	$0,6\text{-}8 \times 10^8$	$10,5 \pm 0,005$	Isolator: MgO mit 18 μm dickem Glimmer-Film
Au (43 GeV) 13.03.06	5500	$4\text{-}7 \times 10^7$	$\text{RT} \pm 0,13$	RT-Bestrahlung in Messhüte A
Xe (1,5 GeV) 11.11.06	300	$2,5 \times 10^8$	$\sim 10,5 \pm 0,04$	Isolator: Al_2O_3
Cr (260 MeV) 07.05.06	500	1×10^8	$\sim 10 \pm 0,01$	Isolator: Al_2O_3

Bei der Bestrahlung mit hoher Ionenfluenz entstehen Defekte im Saphir, so dass ein Erholungsglühen des Saphirs nach dem Experiment sehr sinnvoll erscheint. Bei den von uns durchgeführten Experimenten zerbrachen allerdings die Saphir-Kristalle direkt nach dem Abbau des Probenhalters bereits bei kleinen Erschütterungen. Für das letzte Experiment am 28.11.06 wurde deshalb ein zu diesem Zeitpunkt verfügbarer MgO-Einkristall (MIT, California, USA) eingesetzt, dessen Wärmeleitfähigkeit $1200 \text{ J/m}\cdot\text{s}\cdot\text{K}$ bei 10 K beträgt [Slack62] und der laut [Sibley67] gute Strahlungsbeständigkeit hat. Der MgO-Kristall zeigte keine deutlichen Veränderungen nach der Bestrahlung mit Uran-Ionen bei einer Gesamtfluenz von $2,2 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$. Bei diesem Experiment wurde außerdem das Filament mit einem $18 \text{ }\mu\text{m}$ dicken Glimmer-Film auf der Seite des Strahles abgedichtet, um die thermische Isolierung zu verbessern.

Das Experiment am SIS (13.03.06) wurde bei Raumtemperatur durchgeführt. Die nicht abgeschirmte Probe hing an den elektrischen Kontakten in der Luft, die Probe konnte nicht vor Einflüssen der Umgebung geschützt werden. Während der Bestrahlung stieg die Temperatur in der Experimenthalle insgesamt um $0,1 \text{ Grad}$.

3 Analysemethoden

In dieser Arbeit wurden ein Pulverdiffraktometer (STOE, stadi-P), ein Vierkreiströntgeneinkristalldiffraktometer (STOE, Scintillationszähler), ein Vierkreiseinkristalldiffraktometer (Oxford Diffraction XCALIBUR, SAPHIRE2 CCD) und ein Transmissionselektronenmikroskop (TEM) (CM20, 200 keV) verwendet. Mit dem Pulverdiffraktometer und dem TEM wurden die Strukturumwandlungen verfolgt. Die Vierkreisdiffraktometer wurden für Texturuntersuchungen eingesetzt. Die theoretische Grundlage zu den Messprinzipien, der Aufbau und die technischen Daten dieser Geräte sind im Folgenden dargestellt.

3.1 Röntgenographische Untersuchungen

Für die Röntgenbeugung ist das Bragg'sche Reflexionsgesetz grundlegend für das Verständnis des Röntgenbildes:

$$2 d \sin 2\theta = n \lambda \quad 3.1$$

Dieses Gesetz beschreibt die Beziehung zwischen der Wellenlänge λ , dem Zwischennetzebenenabstand d und dem Reflexionswinkel θ . n ist die Ordnungszahl der Reflexion. Lässt man einen Röntgenstrahl der Wellenlänge λ auf eine polykristalline Probe mit regelloser Orientierung fallen, so gibt es, im Bezug auf den einfallenden Strahl, genügend viele Kristallebenen mit einem durch die Bragg'sche Gleichung bestimmten Reflexionswinkel.

Bei den Röntgenuntersuchungen kann das Beugungsbild der Probe entweder mit dem Bragg-Brentano-Verfahren (Rückstrahlaufnahme) oder dem Debye-Scherrer-Verfahren aufgenommen werden. Das Schema eines Goniometers am Beispiel einer Bragg-Brentano-Justierung ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Die Oberfläche der Probe liegt tangential an einem Fokussierungskreis in der Mitte des Bragg-Brentano-Kreises. Der Ausgangspunkt der Strahlung (R) und das Zählrohr (Z) befinden sich auf dem Kreuzpunkt der beiden Kreise, so dass einfallender und reflektierter Strahl mit der Probenoberfläche einen θ -Winkel bilden und das Zählrohr um 2θ aus der Richtung des Primärstrahles positioniert ist. Bei dieser Aufnahme wird die Probe um den Winkel θ zum Röntgenstrahl gedreht und der Detektor wird um den doppelten Winkel, d.h. um 2θ mitbewegt.

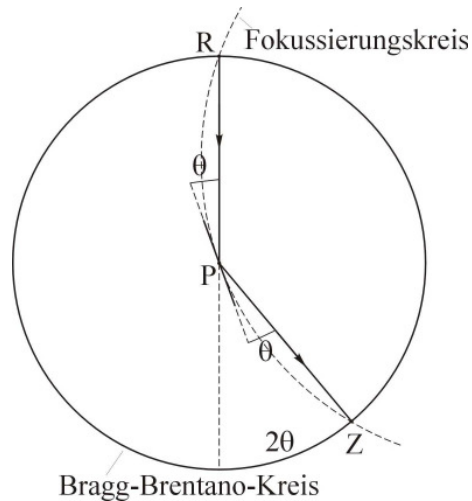


Abb. 3.1: Schematische Darstellung des Bragg-Brentano-Verfahrens in der Projektion auf der Goniometer-Ebene [Wassermann62]

3.1.1 Phasenuntersuchungen

Untersuchungen zur Phase der Filamente wurden an einem Pulverdiffraktometer (STOE, Stadi-P) durchgeführt. Die Messung erfolgt in Debye-Scherrer-Fokussierung. Das Diffraktometer ist mit einer Molybdän-Röntgenröhre, einem bogenförmigen Ge-(111)-Monochromator und einem linearen Positions-empfindlichen Detektor mit einer 6° -Apertur ausgerüstet.

Für die Messungen werden die Filamente parallel orientiert und zwischen zwei amorphen Scheiben auf einem Probenhalter zusammengehalten. Während der θ - 2θ -Messung rotiert der Probenhalter auf dem Goniometer so, dass die Filamentachsen ständig parallel zum Streuvektor orientiert sind. Die Röntgenbeugungsaufnahmen wurden im 2θ -Intervall von 7° - 50° und mit einer Schrittbreite von $0,02^\circ$ aufgenommen. Die Röntgenbeugungsbilder sind zum (200)-Reflex der β -NbTi-Phase normalisiert und mit der Rietveld-Verfeinerungsmethode unter Verwendung von WINPLOTR [Roisnel01] analysiert.

3.1.2 Texturuntersuchungen

Dieses Kapitel bezieht sich vollständig auf die Monographie von Wassermann und Grewen [Wassermann62], das die verschiedenen Texturarten metallischer Materialien, Verfahrensgrundlagen zur Texturbestimmung, physikalische Vorgeschichte der Texturen, Deutung der Texturen und den Einfluss der Textur auf die Werkstoffeigenschaften ausführlich darstellt.

Bei gezogenen Metallen ist die sogenannte **Fasertextur** eine häufig auftretende Art der Kristallgleichrichtung. Als Fasertextur bezeichnet man eine bevorzugte Orientierung aller

Kristallkörner in einer kristallographisch gleichwertigen und wohl definierten Richtung $\langle uvw \rangle$. In allen anderen Richtungen sind die Kristalle beliebig orientiert. Abbildung 3.1.2.1a zeigt eine schematische Darstellung einer $\langle 110 \rangle$ -Textur, bei der Faser- und Drahtachse parallel zueinander liegen. Senkrecht zur Drahtachse, also im Drahtquerschnitt, befinden sich $\{110\}$ -Dodekaederebenen aller Kristallite.

Textur von Blechen. Gewalzte Metalle zeigen eine erhöhte Symmetrie gegenüber den Drähten. Ausgezeichnete Richtungen eines Blechs, Bandes oder einer Folie sind die Walzrichtung (WR), die zu ihr senkrechte Querrichtung (QR), und schließlich die auf der Blechebene senkrecht stehende Normalrichtung (NR). Die einfachste und häufig angetroffene Textur eines Bleches ist die, in der eine bestimmte Kristallrichtung parallel zu der WR liegt und eine zweite in der QR. Zur Vereinfachung werden die Texturen mit Hilfe der so genannten idealen Lagen oder idealen Orientierungen beschrieben. Dabei wird die ideale Lage durch die Angabe der Flächenindizes (hkl) der in der Blechebene liegenden Kristallfläche und durch die Indizes $[uvw]$ der in der Walzrichtung liegenden Kristallrichtungen definiert. Alle von idealen Orientierungen abweichenden Kristalllagen werden dann als Streuung angesehen und vernachlässigt. In Abbildung 3.1.2.1b ist die $(100)[\bar{1}10]$ -Walztextur eines Bleches schematisch dargestellt.

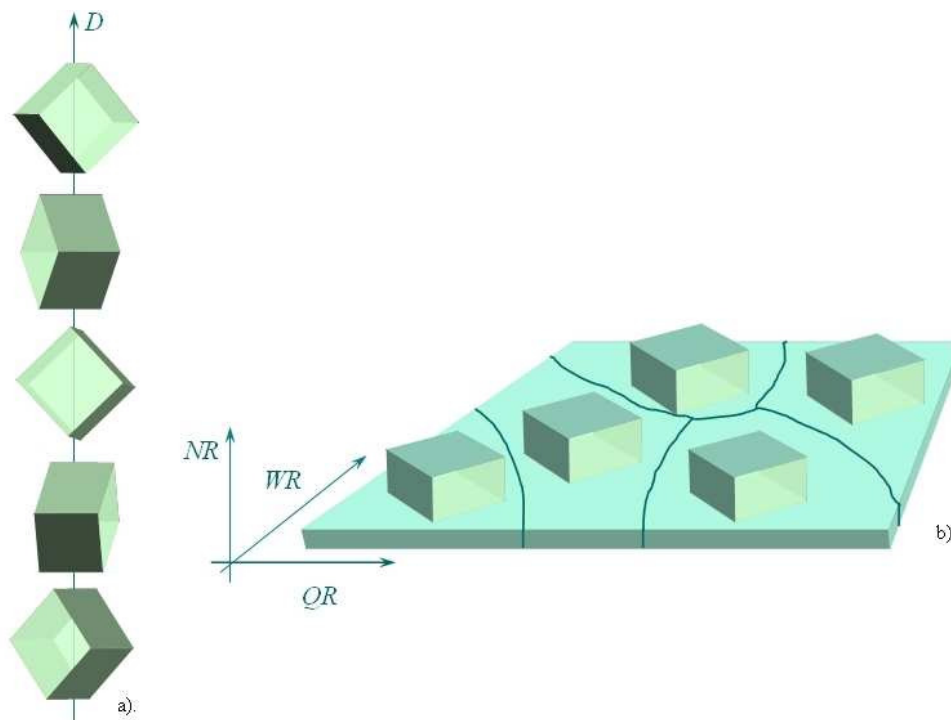


Abb. 3.1.2.1: a) Gleichartige Orientierung der Kristalle entlang der Drahtachse (D) am Beispiel $\langle 110 \rangle$ -Fasertextur. b) Drei Hauptbezugsrichtungen eines Walzbleches: Walzrichtung (WR), Querrichtung (QR) und Normalrichtung (NR) eines Walzbleches mit $(100)[\bar{1}10]$ -Walztextur [Wassermann62]

Die Textur von Blechen kann sehr übersichtlich mit Hilfe einer Polfigur dargestellt werden. Eine Polfigur ist die Projektion der Belegungsbereiche einer Netzebenenart auf der Lagenkugel der Blechebene, in der die Walz- und Querrichtung liegen. An einer Polfigur wird die Volumenverteilung einer Netzebenenchar mit Hilfe der stereographischen Projektion (Abb. 3.1.2.2) dargestellt. Als Projektionsebene wird die Blechebene gewählt, in der die Walzrichtungen und Querrichtungen liegen. Die Projektion eines Flächenlotes sei durch die sphärischen Koordinaten ϕ und χ gegeben. χ ist der Winkel zwischen Probenoberfläche und dem Flächenlot, ϕ ist der Azimut des Flächenlotes.

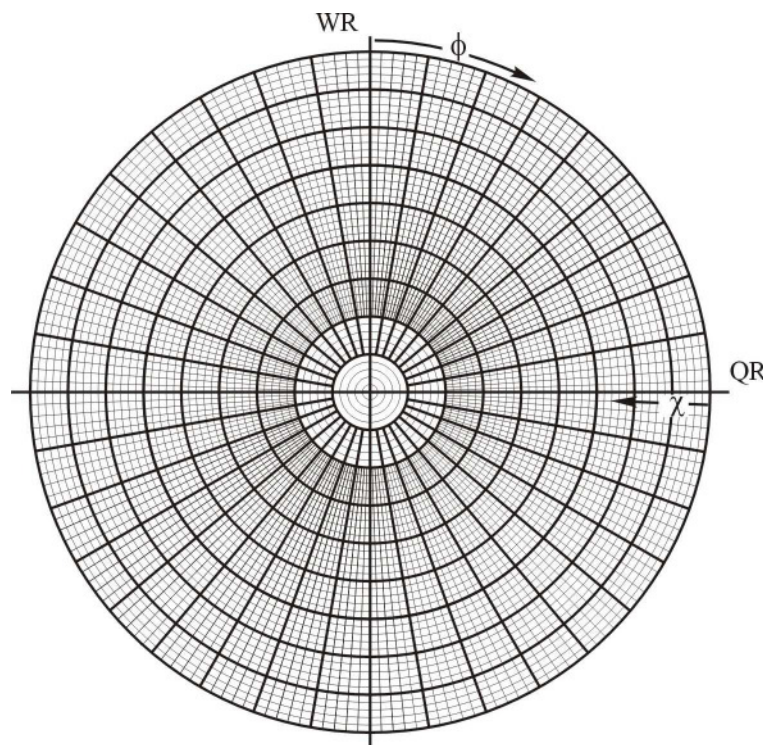


Abb. 3.1.2.2: Polarnetz mit Winkelangaben [Wassermann62]

Untersuchungen der Fasertextur. Gemäß der Bragg'schen Gleichung wird ein Röntgenstrahl, der auf einen Kristall trifft, so gebeugt, dass die Reflexionen an diskreten Orten im Raum auftreten und dabei einen Kegel mit dem Öffnungswinkel 4θ um den einfallenden Primärstrahl als Achse (Abb. 3.1.2.3a) bilden. Da θ für jede Netzebenenart entsprechend dem unterschiedlichen Netzebenenabstand d einen anderen Wert hat, entsteht eine Schar von Reflexionskegeln mit verschiedenen Öffnungswinkeln. Bringt man nun in den Strahlengang senkrecht zum einfallenden Strahl einen ebenen Photofilm oder einen CCD-Detektor, so entstehen als Schnitte mit den Reflexionskegeln Kreise, die Debye-Scherrer-Kreise. Bei regelloser Kristallorientierung entstehen gleichmäßig geschwärzte Debye-

Scherrer-Kreise, während bei einer geregelten Orientierung einer Netzebene Schwärzungsbögen auf dem Debye-Scherrer-Kreis auftreten (Abb. 3.1.2.3b).

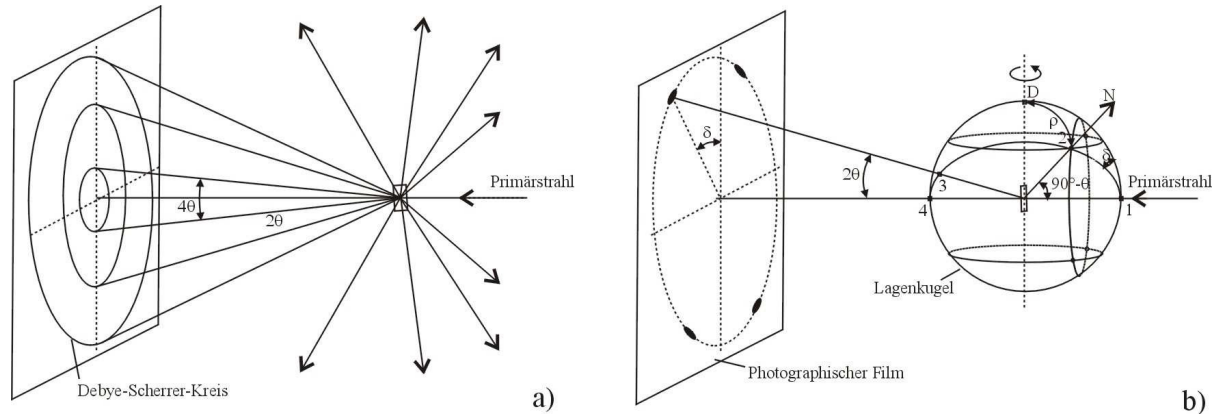


Abb. 3.1.2.3: a) Entstehung der Debye-Scherrer-Kreise für verschiedene Netzebenen. b) Orientierungsanalyse von Fasertexturen mittels Lagebestimmung der Röntgeninterferenzen auf dem Reflexionskreis der Lagenkugel und dem Debye-Scherrer-Kreis [Wassermann62]

Auswertung von Fasertexturen. Die Flächennormale N einer reflektierenden Netzebene bildet mit der Drahtachse D einen Winkel ρ . Mit dem Kosinussatz ergibt sich für die Winkel ρ , θ und δ aus dem Oberflächendreieck 12D der Lagenkugel folgende Beziehung:

$$\cos \rho = \cos \theta \cdot \cos \delta, \quad 3.1.2.1$$

wobei δ der Winkel zwischen der Ebene 1D4 und 123 ist.

Andererseits gilt für jedes beliebige Faserdiagramm kubischer Metalle:

$$\cos \rho = \frac{u h + v k + w l}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \quad 3.1.2.2$$

wobei $\{hkl\}$ Millersche Indizes der Netzebenenchar und $\langle uvw \rangle$ der Faserachse bezeichnen.

Die Untersuchungen der Fasertextur wurden mit Hilfe eines Vierkreiseinkristalldiffraktometers (Oxford Diffraction XCALIBUR, SAPHIRE2 CCD) durchgeführt. Das Vierkreiseinkristalldiffraktometer besitzt einen Flächendetektor (CCD-Detektor), auf den der primäre Röntgenstrahl senkrecht auftrifft. Im CCD-Detektor wird mittels einer Fluoreszenzschicht Röntgenstrahlung in Licht umgewandelt, welches detektiert wird. Mit dem Flächendetektor können stets mehrere Aufnahmen registriert werden. Bei fester Probenposition wird belichtet, es folgt das Auslesen der Reflexe, dann wird die Probe um den gewünschten Winkel weitergedreht und anschließend von neuem belichtet. Der CCD-Detektor kann sehr schnell messen, jedoch ist seine Fläche begrenzt, so dass meist nicht alle Reflexe erfasst werden können.

Texturuntersuchungen von Blechen. Beim Vierkreisdiffraktometer geschieht die Aufnahme des Röntgenbildes bei der Drehung von Probe und Detektor in 4 Kreisen: θ , ω , χ und ϕ . Und zwar dreht der ω -Kreis in der horizontalen Ebene und der χ -Kreis in der darauf stehenden vertikalen Ebene (s. Abb. 3.1.2.4). Im χ -Kreis sitzt das Goniometer, das zusätzlich eine Drehung um seine Achse durchführen kann, die den ϕ -Kreis repräsentiert. In der Ebene des ω -Kreises dreht sich nun der vierte Kreis, der θ -Kreis, an dem der Detektor, ein Scintillationszähler befestigt ist. Es ist somit möglich, die Probe und den Detektor so zu drehen, dass die Position und Intensität jedes einzelnen Reflexes gemessen werden kann.

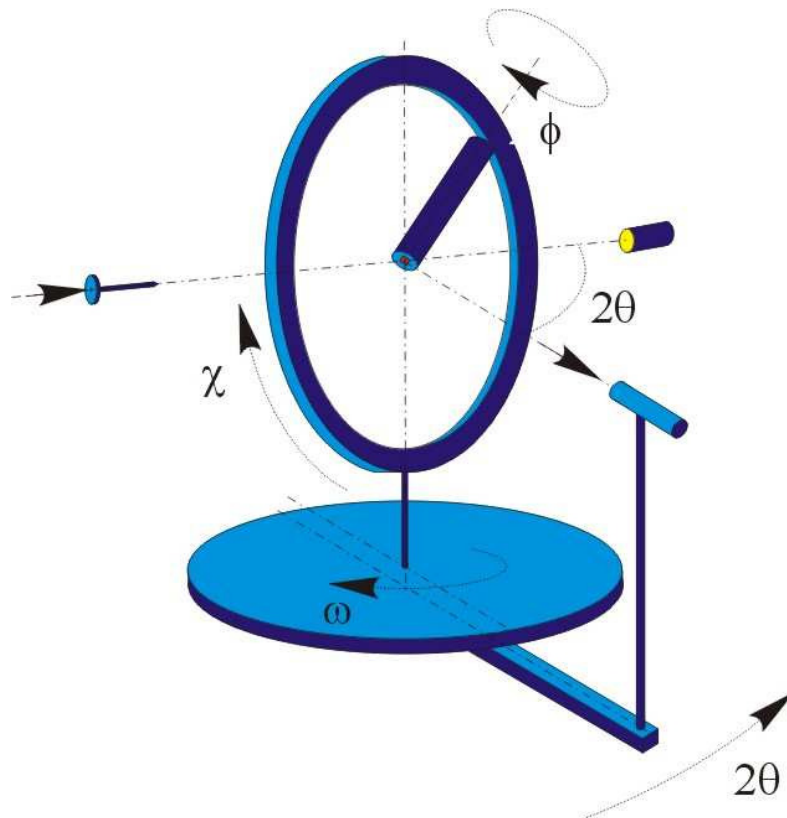


Abb. 3.1.2.4: Schema der Messkreise eines Vierkreisdiffraktometers

Im Vierkreiseinkristalldiffraktometer wird die Probe nach dem Bragg-Brentano-Verfahren justiert (Abb. 3.1). Vor der Aufnahme einer Polfigur ist es wichtig, dass die Probenoberfläche mit Hilfe einer Justiervorrichtung exakt auf den Goniometermittelpunkt eingestellt wird. Auch die euzentrische Höhe der Probe sollte unbedingt überprüft werden. Um Reflexion der zu vermessenden Netzebenenschar zu ermöglichen, müssen die Winkel ω (in dieser Messung ist ω identisch mit θ) und 2θ eingestellt werden. Die eigentliche Aufnahme der Polfigur erfolgt durch die Kippung um eine parallel zu der Goniometerebene und in der Probenoberfläche liegenden Achse auf einen χ -Winkel und Drehung um die

Probennormale (ϕ -Winkel). In dieser Arbeit wurde der χ -Winkel in einem Intervall von 5 bis 90° mit einem Schritt von jeweils 5° gekippt. Für jeden χ -Winkel wurde die Probe von 0 bis 360° in Schritten von 5° auf den ϕ -Winkel gedreht und bei jedem Haltepunkt die Intensität gemessen. Schließlich werden die Intensitätswerte mit Hilfe einer stereographischen Projektion als Polfigur dargestellt (s. Abb. 3.1.2.2).

Abweichungen von den theoretischen Intensitäten können allerdings durch unexakte Probenjustierung, Unebenheiten der Probenoberfläche und Veränderungen des vorhandenen natürlichen Untergrundes hervorgerufen werden. Der größere Anteil dieser Fehler tritt bei kleineren χ -Winkeln auf. Der äußerste Bereich einer Polfigur ($\chi < 5$) kann gar nicht mit der notwendigen Präzision aufgenommen werden, dazu benötigt man unbedingt eine massive Probe. Bei dieser Arbeit standen jedoch nur dünne Folien zur Verfügung.

Bei diesem Verfahren ist keine Absorptionskorrektur notwendig, solange die Probe hinreichend dick ist. Nehmen wir an, dass die zulässige Dicke einer Probe gegenüber einer unendlich dicken Probe einen Fehler von nicht mehr als 1 % überschreiten soll. Unter Berücksichtigung des doppelten Weges vom Strahl in der Probe ergibt sich die Forderung:

$$\exp(-2\mu t / \sin \theta) < 0,01, \quad 3.1.2.3$$

wobei μ der Schwächungskoeffizient des Materials und t die Probendicke ist.

Bei der Aufnahme von Polfiguren wird der größte Effekt bei (200) erwartet. Der berechnete Grenzwert für eine Nb-37 Gw.-% Ti-Legierungsfolie beträgt 2,5 μm . Die Dicke der hier benutzten Folie ist jedoch 20 μm , und somit deutlich über obiger Einschränkung. Die für die Berechnung verwendeten Daten schließen den Massenschwächungskoeffizient (μ/ρ [cm^2/g]) ein: Für Co- $K_{\alpha 1}$ betragen $\mu/\rho_{\text{Ti}} = 303 \text{ cm}^2/\text{g}$ und $\mu/\rho_{\text{Nb}} = 817 \text{ cm}^2/\text{g}$ [Zschornack89]; Beugungswinkel $\theta_{(110)} = 23^\circ$; Dichte $\rho_{\text{Ti}} = 4,54 \text{ g/cm}^3$ und $\rho_{\text{Nb}} = 8,55 \text{ g/cm}^3$ [Zschornack89].

Die Texturuntersuchungen an der NbTi-Folie wurden am Vierkreiströntgeneinkristalldiffraktometer (STOE) durchgeführt. Die technischen Daten sind: Co-Anode ($\lambda_{\text{Co-K}\alpha} = 1,78897 \text{ \AA}$), Detektor – Scintillationszähler, Betriebsspannung $U = 40 \text{ kV}$ und Röhrenstrom $I = 36 \text{ mA}$, Monochromator – Nickel-Filter.

3.2 Transmissionselektronenmikroskopie

Die Transmissionselektronenmikroskopie ist ein Verfahren zur Strukturabbildung in dünnen Probenschichten. Das Transmissionselektronenmikroskop (TEM) erlaubt außerdem Untersuchungen von Ausscheidungen, Stapelfehlern, Versetzungen und Texturen mit extrem hoher Ortsauflösung, wobei Kristallstrukturen mit atomarer Auflösung abgebildet werden können. Die Grundprinzipien der Transmissionselektronenmikroskopie, sowie die gebräuchlichsten Methoden der Probenpräparation sind im Detail im Buch von Williams und Carter beschrieben [Williams96].

Der Aufbau eines TEMs ist in Abbildung 3.2 schematisch dargestellt. Um Wechselwirkungen zwischen Elektronen und Gasmolekülen zu vermeiden, befindet sich das Strahlensystem des TEMs im Hochvakuum.

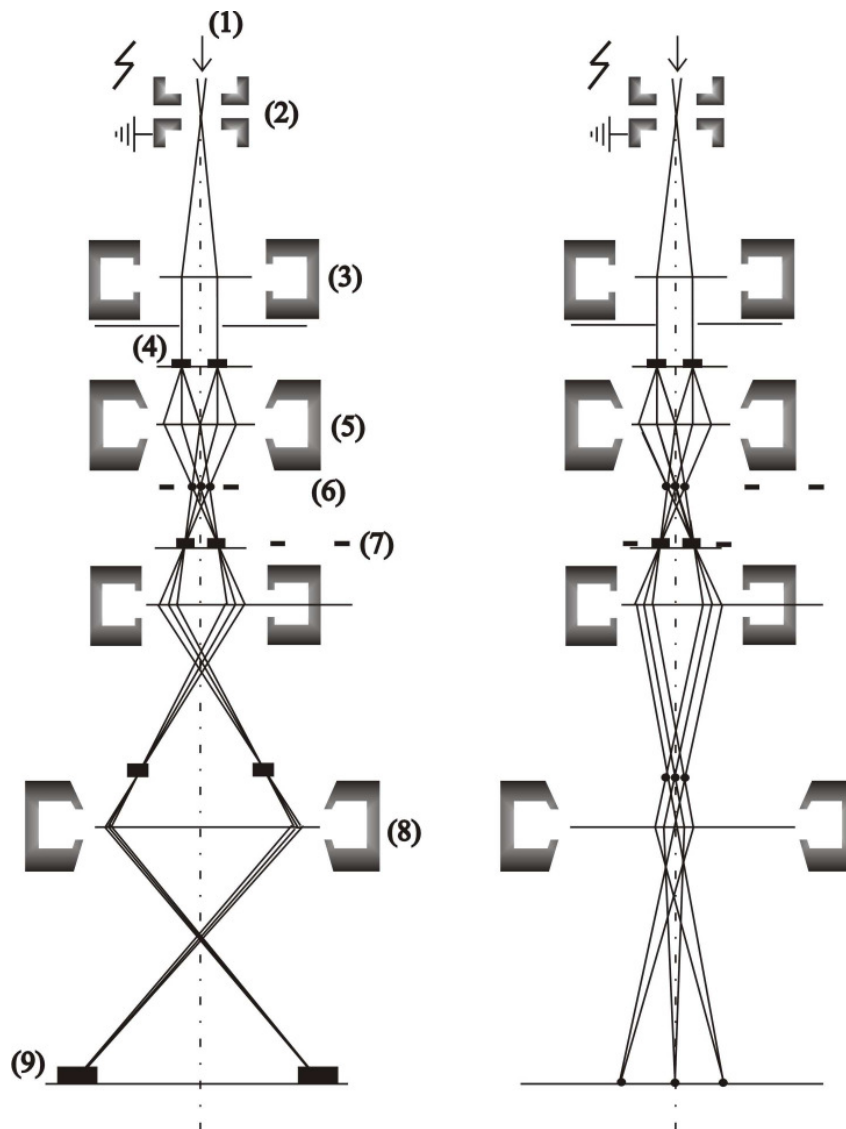


Abb. 3.2: Schematische Darstellung des Strahlenganges in einem TEM für zwei Basisoperationen: Hellfeld- (links) und Elektronenbeugungsaufnahmen (rechts) [VM00]

Als Elektronenquelle (1) dient oft eine Wolfram-Kathode. Durch Anlegen einer hohen Spannung werden Elektronen aufgeheizt und mittels einer zwischen Kathode und Anode angelegten Spannung in Richtung Anode beschleunigt. Beim Verlassen der Kathode werden die Elektronen an einem zwischen Kathode und Anode angeordneten und leicht negativ geladenen (100-500 V) so genannten Wehnelt-Zylinder (2) gebündelt. Weiter werden sie vom Kondensor-Linsensystem (3) so abgelenkt, dass sie einen parallelen Strahl bilden und den zu beobachtenden Objektabschnitt (4) gleichmäßig ausleuchten.

Die Objektivlinse (5) ist das fokussierende Element im TEM, das die Abbildungsauflösung der Probe bestimmt. Die Probe (4) befindet sich in einem Goniometer in der oberen Brennebene des Objektivs. In der unteren Brennebene liegt die Objektivblende (6) (Kontrastblende). Man kann nun mit dieser Blende nur die Elektronen passieren lassen, die nicht gestreut werden. Da Atome mit höherer Ordnungszahl sowie dickere Objektbereiche stärker streuen, wird der entstehende Kontrast auch Massendickenkontrast genannt.

Durch die Einführung der SAD- (selected-area diffraction) Blende (7) kann anstatt des ersten Zwischenbildes auch die Fokusebene der Objektiv-Linse vergrößert abgebildet werden. Man erhält so ein Elektronenbeugungsbild, mit dessen Hilfe sich die Kristallstruktur der Probe bestimmen lässt. Die Projektivlinse (8) weitet den Strahl zusätzlich auf, so dass sich eine hohe Endvergrößerung ergibt. Das vergrößerte Endbild der Probe (9) wird auf einem üblicherweise mit Zinksulfid beschichteten Fluoreszenzschirm dargestellt. Zur Aufzeichnung des Bildes werden photographische Filme bzw. heute häufig hochempfindliche CCD-Kameras eingesetzt.

Bei der Analyse von Elektronenbeugungsaufnahmen werden die Reflexe über deren Entfernung zum Primärstrahl (000-Reflex) indiziert. Die dazu verwendete Formel lässt sich leicht aus der Bragg'schen Gleichung und der Geometrie des Elektronenmikroskops ableiten und ist eine Bedingung für ein Beugungsmaximum:

$$C = \lambda \cdot L = R \cdot d_{hkl}, \quad 3.2$$

mit der Beugungskonstante C , Wellenlänge λ des Elektronenstrahls, „Kameralänge“ L und dem Abstand zwischen dem indizierten Reflex und dem Primärstrahl R .

Alle in dieser Arbeit aufgeführten TEM-Untersuchungen wurden an einem Philips CM20 durchgeführt. Die typische Beschleunigungsspannung beträgt dabei 200 kV.

3.2.1 Probenpräparation

Grundsätzlich sind im TEM zu untersuchende Proben soweit abzdünnen, dass sie für den Elektronenstahl transparent sind. Folgende Vorgehensweise hat sich für metallische Proben als praktisch erwiesen: Zunächst werden aus dem Probenmaterial durch feinmechanische Bearbeitung etwa 30 μm dicke und 3 mm breite Scheiben präpariert. Die Qualität des mechanischen Vorgangs hat dabei einen entscheidenden Einfluss für den weiteren Materialabtrag durch elektrolytisches Polieren oder durch Ionendünnung. Ziel dieser zweiten, sehr viel langsameren und kontrollierbaren Abdünnung ist die Erzeugung eines kleinen Loches in der Mitte des Probenscheibchens. Am Rand dieses Loches ist das Material nun keilförmig und so dünn, dass es mit dem Elektronenstrahl des TEM durchstrahlt werden kann.

Die Präparation von Querschnitten der zu untersuchenden NbTi-Filamente gestaltet sich auf Grund der von vornherein geringeren Filamentgröße etwas aufwendig: Zunächst wird eine große Zahl von Filamenten auf ein Laborglas aufgebracht, wobei die Längsachse der Filamente mit der langen Achse des Glases zusammenfällt (s. Abb. 3.2.1.1). Anschließend erfolgt eine Fixierung der Filamente in dieser Position durch Aufbringen eines langsam härtenden Epoxy-Harzes und eines zweites Glasplättchens. Das sich zwischen den Glasplättchen befindende Harz wird nun unter leichtem Anpressdruck bei 110 °C vollständig durchgehärtet. Dieses schichtartige System wird nun mit einer Diamantsäge entlang der Filamentachse in 2 mm breite Streifen zerteilt. Senkrecht zur Filamentachse erfolgen daraufhin im Abstand von 1 mm vorsichtige Schnitte (Schnittbreite etwa 100 μm) mit einer Wolfram-Drahtsäge. Einige der so präparierten Proben werden nun mechanisch entlang der Filamentenachse bis auf 30 μm abgedünnt und beidseitig poliert. Diese Probenplättchen werden auf TEM-Probenhalter aufgebracht und durch Ionenätzen bis zur Transparenz für den Elektronenstrahl gedünnt.

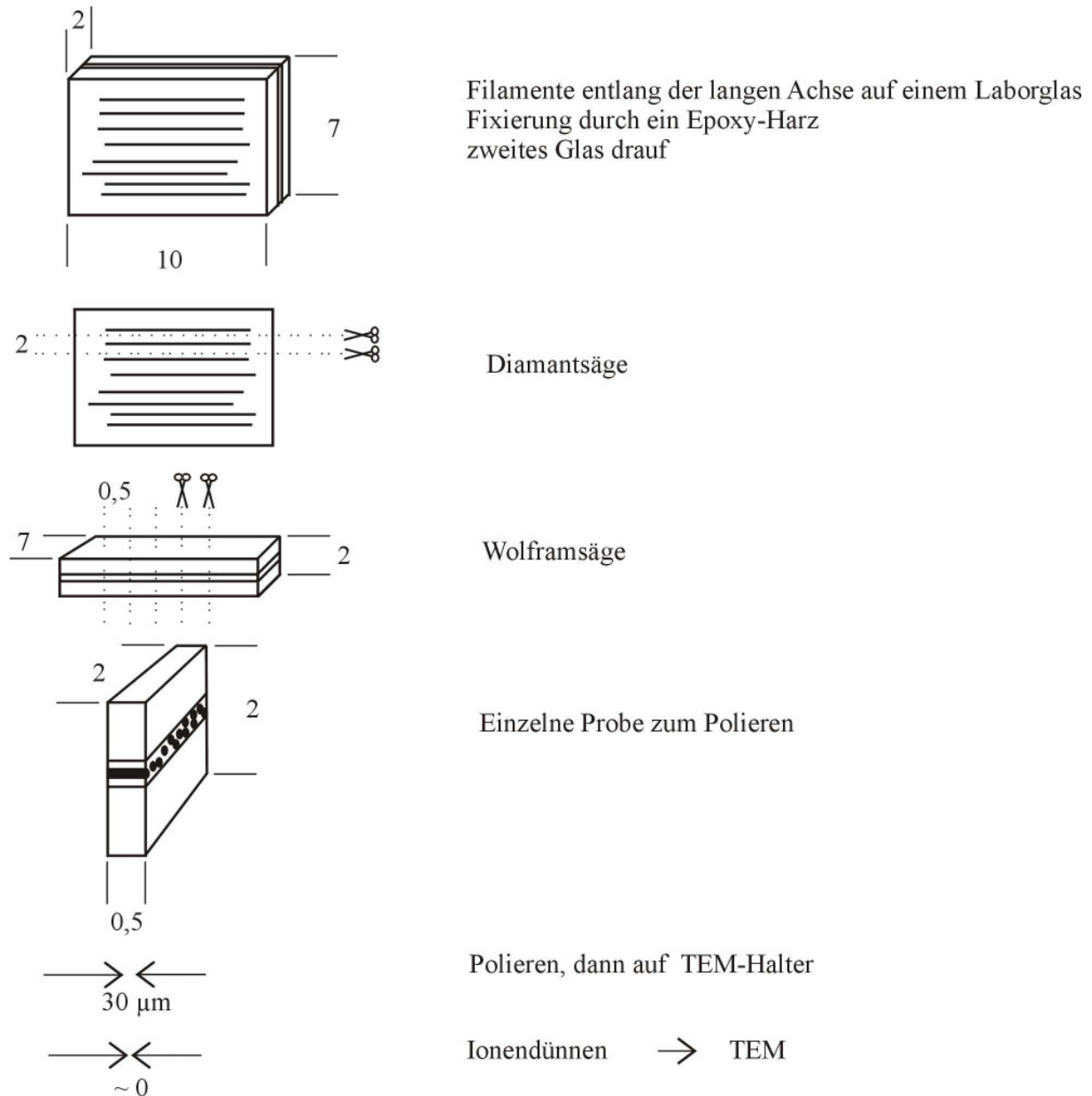


Abb. 3.2.1: Schematischer Ablauf der Querschnittpräparation

Bei der **Ionendünnung** geschieht die Materialabtragung durch den Beschuss der dünnen TEM-Probe mit Ionen. Die schematische Darstellung der Ionendünnungsvorrichtung ist in Abbildung 3.2.2 dargestellt. Die Geschwindigkeit der Ionendünnung ist abhängig von der angelegten Spannung (bis zu 6 keV), der Temperatur der Probe (die Probe kann mit flüssigem Stickstoff gekühlt werden), der Art der Ionen (z.B. Ar, He, I) und der Geometrie der Ionendünnung (die Probenoberfläche wird zum Ionenstrahl um 5° bis 10° gekippt). Feinere Ionendünnung erreicht man, wenn der Winkel zwischen dem Strahl und der Probeoberfläche möglichst klein gehalten wird. Die Abtragungsrate hängt auch von den

Probeneigenschaften, wie Dichte, Atommasse, Kristallstruktur, Kristallinität und Orientierung ab. Man darf auch nicht vergessen, dass durch Ionendünnung eventuell Materialveränderungen entstehen können, wie z. B. eine erhöhte Versetzungsdichte, Anregung von Diffusionsprozessen oder Wiederanlagerung von abgetragenem Probenstoff an einer anderen Stelle. Um die Probe gleichmäßig abzutragen, wird sie um die vertikal zur Probenoberfläche stehende Achse rotiert.

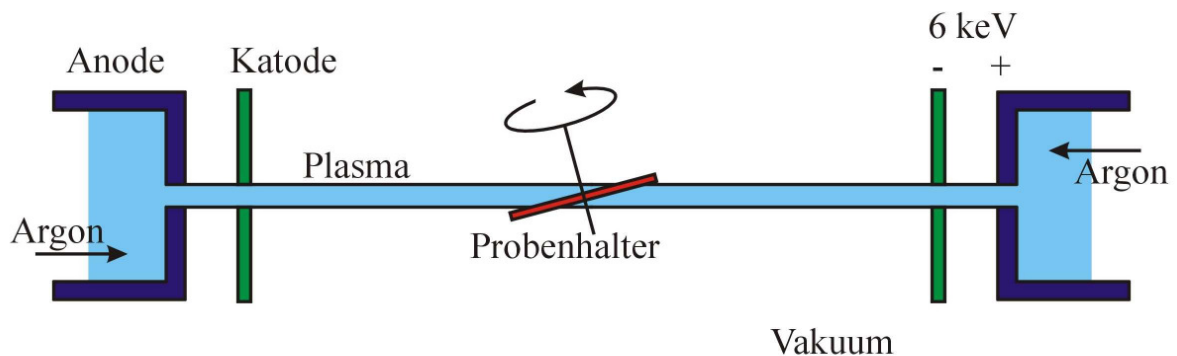


Abb. 3.2.2: Schematische Darstellung der Ionendünnungsvorrichtung: in die Ionisationskammer wird Ar-Gas eingelassen, das durch die angelegte Spannung zu einem Ionenstrahl gebündelt und zum rotierenden Probenhalter hin beschleunigt wird. Die Ionendünnung verläuft typischerweise unter Vakuumbedingungen von etwa 10^{-6} mbar

4 Ergebnisse und Diskussion

In Kapitel 4.1 „Veränderungen der Oberflächenbeschaffenheit“ werden rasterelektronenmikroskopisch beobachtete Effekte beschrieben, die auf der Oberfläche von bestrahlten Filamenten auftreten. Kapitel 4.2 „Strukturuntersuchungen der Filamente“ umfasst Ergebnisse von Röntgenstrukturuntersuchungen und Transmissionselektronenmikroskopie. Untersuchungen der Texturveränderungen durch Bestrahlung einer NbTi-Folie werden in Kapitel 4.3 „Texturuntersuchungen der Folie“ behandelt. In Kapitel 4.4 „*in-situ* Widerstandsmessungen an Filamenten“ werden Ergebnisse von elektrischen Messungen an einzelnen Filamenten bei tiefen Temperaturen und an Filamentbündeln bei Raumtemperatur dargelegt.

4.1 Veränderungen der Oberflächenbeschaffenheit

Die Oberflächenqualität der aus der Cu-Ummantelung herausgelösten Filamente ist nach der Bestrahlung verändert. Vor der Bestrahlung sind die Filamente duktil und lassen sich gut in den Probenhalter für die Widerstandsmessungen einbauen; d.h., im Allgemeinen zeigen sie sehr gute plastische Eigenschaften. Nach der Bestrahlung sind die Filamente spröde und leicht zerbrechlich und müssen extrem vorsichtig von dem Probenhalter abgenommen werden. In Abbildung 4.1 sind rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahmen der Filamentoberfläche dargestellt. Der einzige Hinweis auf durch Bestrahlung verursachte Veränderungen sind kleine dunkle Flecken an der Oberfläche der bestrahlten Filamente. Außerdem ist die Schärfe der extrusionsbedingten Riefen im Vergleich mit der unbestrahlten Probe deutlich geringer. Wahrscheinlich tritt dieser Effekt aufgrund der strahlbedingten Diffusion von Sauerstoff- oder Wasserstoffionen auf. Die strahlbedingte Diffusion von Sauerstoffionen von einem Film ins Substrat wurde nachgewiesen [Avasthi00]. So oxidiert das Material entlang der Korngrenzen, die Bindungskräfte an den Korngrenzen lassen nach, und das Material wird spröde. Es ist auch bekannt, dass die mechanischen Eigenschaften von Ti und Ti-Legierungen sich durch die Aufnahme von Wasserstoff verschlechtern [Zwicker74]. Wegen der spezifischen Mikrostruktur der Legierung, wobei α -Ti streifenförmig entlang der Matrix-Körner vorliegt, können Veränderungen an α -Ti die plastischen Eigenschaften des gesamten Filaments stark beeinflussen. Die Versprödung des Materials kann auch durch Mikrorisse und durch Anhäufung von Defekten an den Korngrenzen verursacht werden.

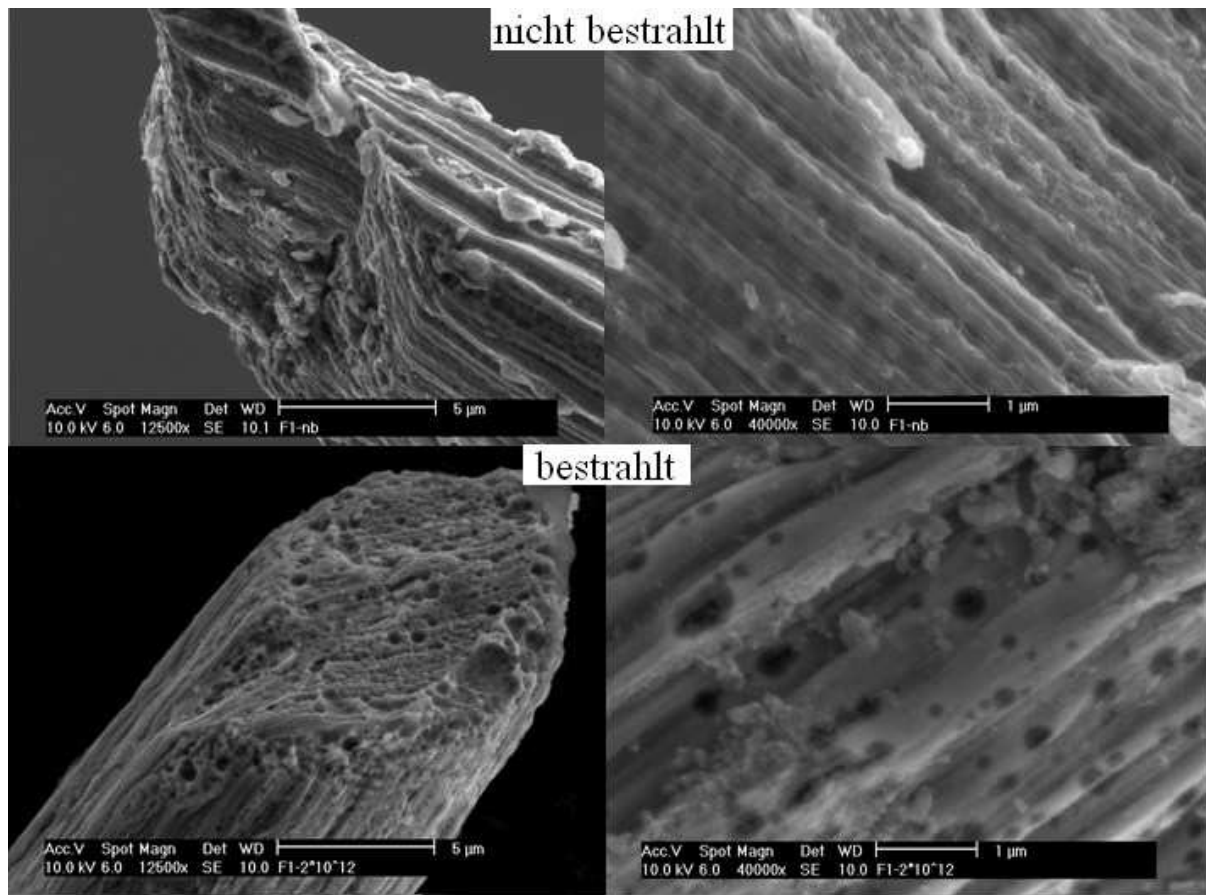


Abb. 4.1: Rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahmen von Filamenten *Walter I*: unbestrahltes Filament (oben) und mit $2 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ 2,6-GeV U-Ionen (53 keV/nm) bestrahltes Filament (unten). Die charakteristischen, längs auf der Oberfläche der Filamente verlaufenden Riefen resultieren aus den während der Herstellung eingesetzten Extrusionsprozessen

4.2 Röntgenstrukturuntersuchungen an Filamenten

In Abbildung 4.2.1 ist ein Röntgenbeugungsbild der unbestrahlten Filamente dargestellt. Auf Grund der starken $\langle 110 \rangle$ -Textur sind alle Reflexe außer (110) schwächer als sie für eine Probe mit zufällig orientierten Kristallkörnern sein sollten. Alle Beugungsreflexe der β -NbTi-Phase sowie die zwei stärksten Reflexe der α -Ti-Phase sind im dargestellten Intervall zu sehen. Der (110)-Reflex der β -NbTi-Phase liegt bei $2\theta = 17,56^\circ$ [POWD-12] und enthält einen kleinen Beitrag des (002)-Reflexes der α -Ti-Phase bei $2\theta = 17,43^\circ$ [Sailer93]. Das Röntgenbeugungsbild zeigt auch weniger ausgeprägte Reflexe der β -NbTi-Phase bei: $2\theta = 24,93^\circ$ (200), $2\theta = 30,66^\circ$ (211), $2\theta = 35,55^\circ$ (220), $2\theta = 39,91^\circ$ (310), $2\theta = 43,91^\circ$ (222) und $2\theta = 47,70^\circ$ (321) [POWD-12]. Die zwei (100)- und (101)-Reflexe der α -Ti-Phase liegen bei $2\theta = 15,96^\circ$ bzw. bei $2\theta = 16,20^\circ$ [Sailer93]. Eine genaue quantitative Phasenanalyse ist wegen der kleinen Menge der α -Ti-Phase, der Überlappung der (110)- β -NbTi- und (002)- α -Ti-

Reflexe und der starken Textur der β -NbTi-Phase nicht möglich. Der mit der Rietveld-Analyse berechnete Anteil der α -Ti-Phase (Probe *Walter1*) beträgt 6 Gw.-%. Bei allen anderen untersuchten Proben scheint die relative Menge α -Ti-Phase noch geringer zu sein.

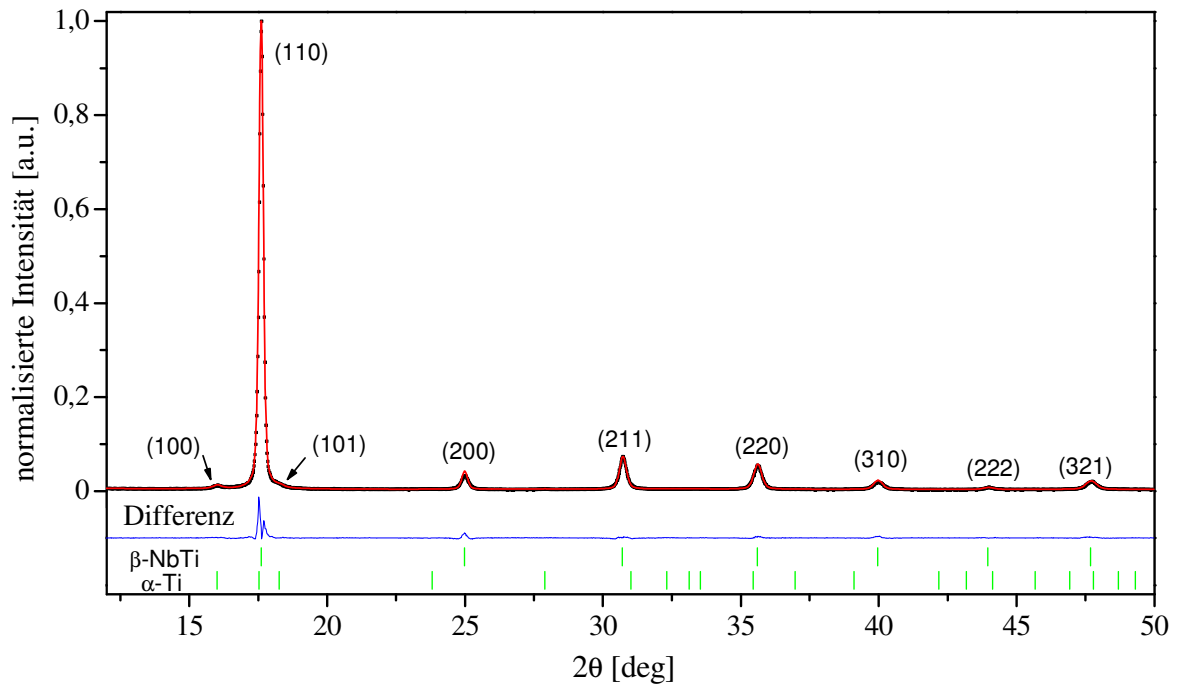


Abb. 4.2.1: Röntgenbeugungsbild einer unbestrahlten Probe *Walter1*; rot: Rietveld-analyisierte Daten; grün: Position der Reflexe für β -NbTi [POWD-12] und α -Ti [Sailer93]; blau: Differenz zwischen den experimentellen Daten und den Werten der Rietveld-Analyse

Die $\langle 110 \rangle$ -Fasertextur der Filamente wurde durch die Beugungsaufnahmen am Vierkreiseinkristalldiffraktometer unter Verwendung der in Kapitel 3.1.2 erwähnten Gleichungen 3.1.2.1 - 3.1.2.2 nachgewiesen. Die 2D-Röntgenbeugungsaufnahme von einem Filament ist in Abbildung 4.2.2 dargestellt. Es sind die für die $\langle 110 \rangle$ -Fasertextur charakteristischen Intensitätsmaxima auf zwei vorhandenen (110)- und (200)-Debye-Scherrer-Kreisen zu sehen.

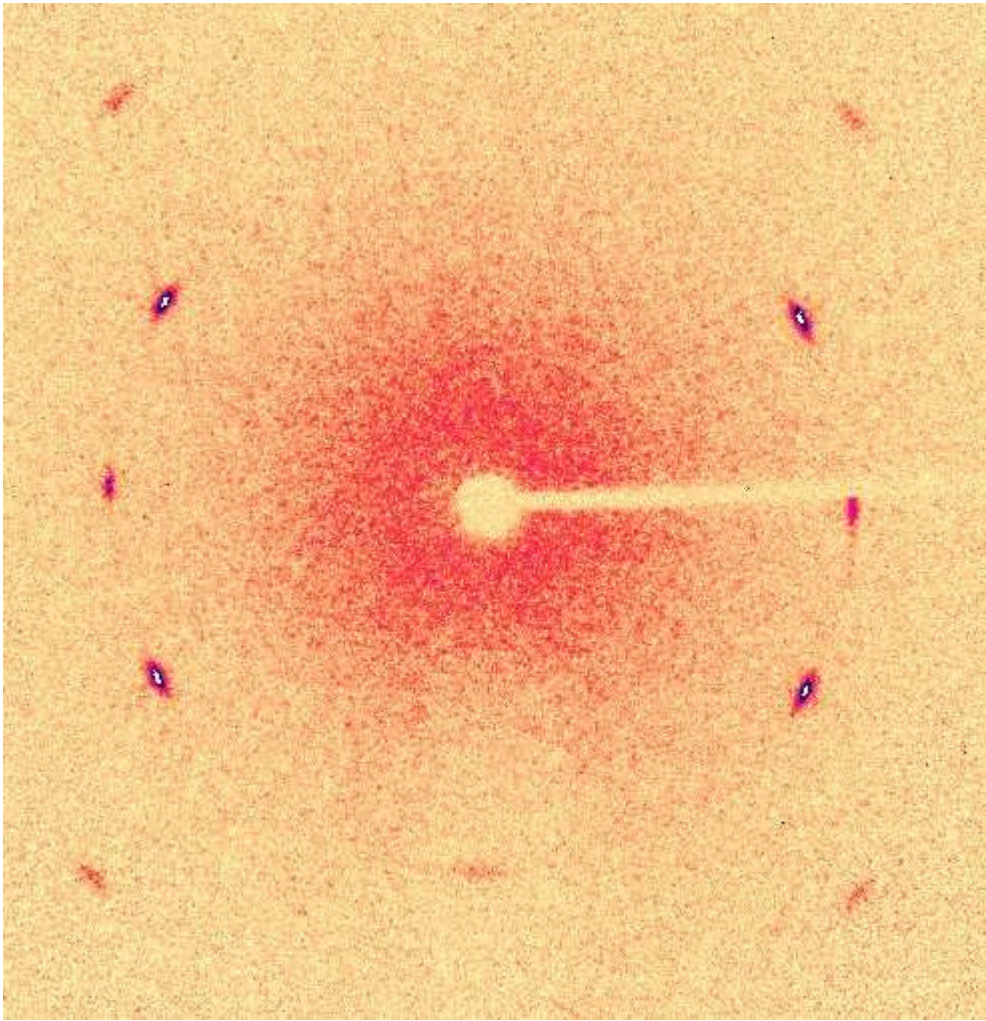


Abb. 4.2.2: 2D-Röntgenbeugungsaufnahme eines Filaments *Walter1*

In Abbildung 4.2.3 sind die Röntgendiffraktogramme eines unbestrahlten und eines mit 2,6-GeV U-Ionen (Fluenz $5 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$) bestrahlten Filaments *Walter1* gegenübergestellt. Da bei der Aufnahme der Röntgendiffraktogramme unterschiedliche Stoffmengen benutzt wurden und die Aufnahmen in einer sehr großen Zeitspanne (Jahre) erfolgten, werden alle in dieser Arbeit dargestellten Röntgenbeugungsaufnahmen zum (200)-Reflex der β -NbTi-Phase normalisiert. Bei der Aufnahme des Röntgenbildes wurde Si-Standardpulver beigemischt, auf dessen Reflexe die 2θ -Winkel beider Aufnahmen kalibriert wurden.

Beim Vergleich der unbestrahlten und der bestrahlten Probe beobachtet man keine Veränderung der Position der Beugungsreflexe. Das ist ein Anzeichen dafür, dass die Gitterkonstanten der β -NbTi-Phase konstant bleiben. Auch existiert kein Hinweis auf strahlinduzierte Amorphisierung der Probe, die Halbwertsbreite der Reflexe bleibt gleich und es gibt keine deutliche Vergrößerung des Untergrundes bei kleinen 2θ -Winkeln.

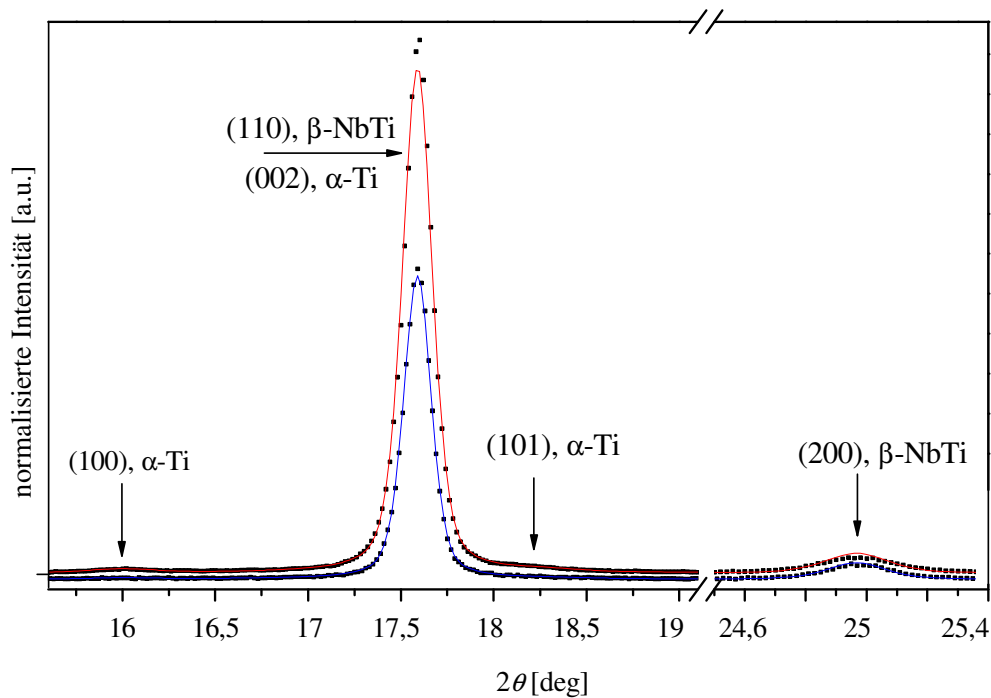


Abb. 4.2.3: Röntgenbeugungsaufnahme von Filamenten *Walter1* vor (rot) und nach (blau) der Bestrahlung mit 2,6-GeV U-Ionen ($5 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$). Die Reflexionswinkel der β -NbTi- und α -Ti-Phase sind mit Pfeilen bezeichnet. Zur besseren Anschaulichkeit sind die Diffraktogramme leicht gegeneinander verschoben dargestellt

In Abbildung 4.2.3 ist deutlich zu sehen, dass die Intensität des (110)- β -NbTi-Reflexes von unbestrahlten Filamenten wesentlich größer ist als die mit 2,6-GeV U-Ionen ($5 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$) bestrahlter Filamente. Diese Intensitätsabnahme deutet auf den Abbau der vorhandenen $\langle 110 \rangle$ -Textur der β -NbTi-Matrix hin. Der Versuch, die Texturveränderungen als einen Durchschnittswert für ein Bündel von Filamenten zu verfolgen, hat aufgrund der im Folgenden kurz dargelegten Zusammenhänge keine besonderen Erkenntnisse gebracht. Die Filamente wurden in einem Kapillarglas am Vierkreiströntgendiffraktometer (STOE) vermessen. Die Desorientierung der Filamente im Kapillarglas von wenigen Grad bewirkt jedoch einen größeren Effekt als die Ionenbestrahlung selbst. Auch die Untersuchungen an einem einzelnen Filament am Vierkreiseinkristalldiffraktometer (Oxford Diffraction XCALIBUR) konnten keine weiteren Ergebnisse über die strahlinduzierten Veränderungen erbringen, da die α -Ti-Phase wegen der geringen Menge nicht aufgelöst werden konnte. Die Analyse der 2D-Röntgenbeugungsbilder von unbestrahlten und bestrahlten Filamenten hat ergeben, dass die Gitterabstände und die Intensität der (110)- und (200)-Reflexe annähernd gleich bleiben. Möglicherweise könnten Veränderungen der Reflexintensität durch *in-situ* Messungen mit Hilfe eines Vierkreisdiffraktometers weitere Erkenntnisse bringen, da die Probe jeweils an ein und derselben Stelle untersucht werden könnte. Im Rahmen dieser Arbeit

war der Aufbau einer solchen Anlage allerdings zeitlich und finanziell nicht möglich. Weitere Untersuchungen zur Texturveränderungen der β -NbTi-Matrix wurden an einer NbTi-Folie mit einem Vierkreisdiffraktometer durchgeführt und sind im Kapitel 4.3 dargelegt.

Die in Abbildung 4.2.4 dargestellten Röntgenbeugungsdaten zeigen eine Reduzierung der α -Ti-Phase mit steigendem elektronischem Energieverlust $(dE/dx)_e$ bei konstanter Fluenz. Die Filamente wurden mit Schwerionen unterschiedlicher Energie, 2,6-GeV U (53 keV/nm), 2,3-GeV Pb (43 keV/nm), 2,2-GeV Au (41 keV/nm) bei Raumtemperatur bis einer Fluenz von $1 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ und 2,6-GeV U (53 keV/nm) bei etwa 8 K bis $9 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$, bestrahlt. Alle untersuchten Filamentarten (s. Kap. 2.2) zeigen nach der Bestrahlung ein ähnliches Verhalten bezüglich der α -Ti-Phase und der Reduzierung des (110)-Reflexes. Da die *Walter1* Probe die größte α -Ti-Konzentration enthält, wurden weitere Strukturuntersuchungen auf diese Probe beschränkt.

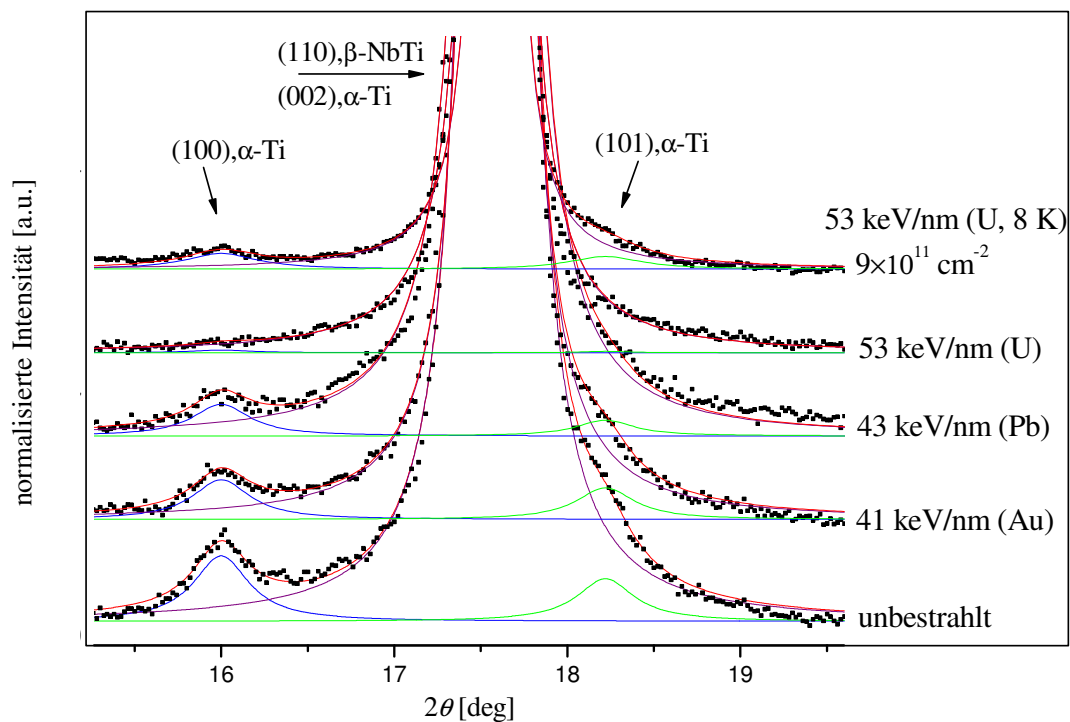


Abb. 4.2.4: Röntgenbeugungsbilder von NbTi-Filamenten der Probe *Walter1*, bestrahlt bei Raumtemperatur mit unterschiedlichen Ionen (2,3-GeV Pb (43 keV/nm), 2,2-GeV Au (41 keV/nm) mit einer Fluenz von $1 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ und bei kryogener Temperatur ($\sim 8 \text{ K}$) mit 2,6-GeV U (53 keV/nm) und einer Fluenz von $9 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$)

Die (002)- und (101)- α -Ti-Reflexe konnten nicht von dem (110)-Reflex der β -NbTi-Phase entfaltet werden, daher wird die Analyse der α -Ti-Intensität als Funktion der Fluenz auf den (100)- α -Ti-Reflex beschränkt. An alle Reflexe zwischen 15° und 19° wurde jeweils eine Lorentz-Funktion so angepasst, dass die integrierten Werte gut mit den experimentellen Daten

übereinstimmen. In Abbildung 4.2.5 ist die Fläche unter den (100)- α -Ti- und (110)- β -NbTi-Reflexen gegen $(dE/dx)_e$ aufgetragen. Trotz relativ großer Fehlerbalken ist die Abnahme der Flächen beider Reflexe mit ansteigendem $(dE/dx)_e$ eindeutig zu erkennen.

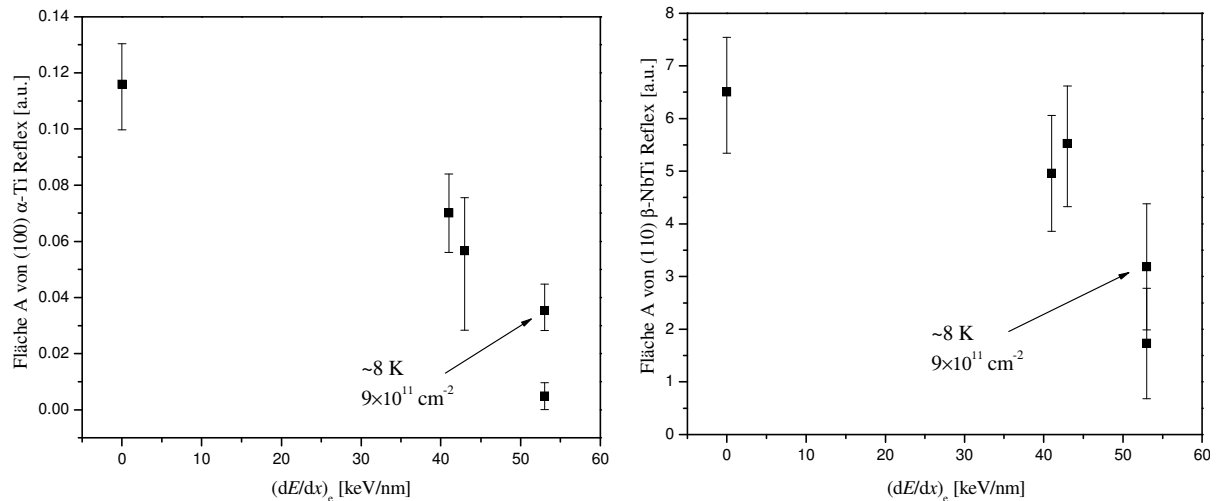


Abb. 4.2.5: Fläche der Reflexe von (100)- α -Ti (links) und (110)- β -NbTi (rechts) als Funktion des elektronischen Energieverlusts $(dE/dx)_e$ für Bestrahlungen mit 2,6-GeV U (53 keV/nm), 2,3-GeV Pb (43 keV/nm), 2,2-GeV Au (41 keV/nm) bei Raumtemperatur bis einer Fluenz von $1 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ und 2,6-GeV U (53 keV/nm, $9 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$) bei etwa 8 K

Abbildung 4.2.6 zeigt Diffraktogramme vor und nach der Bestrahlung mit 2,6-GeV U-Ionen unterschiedlicher Fluenz. Das in der unbestrahlten Probe noch deutlich vorhandene α -Ti verschwindet mit zunehmender Bestrahlungsfluenz.

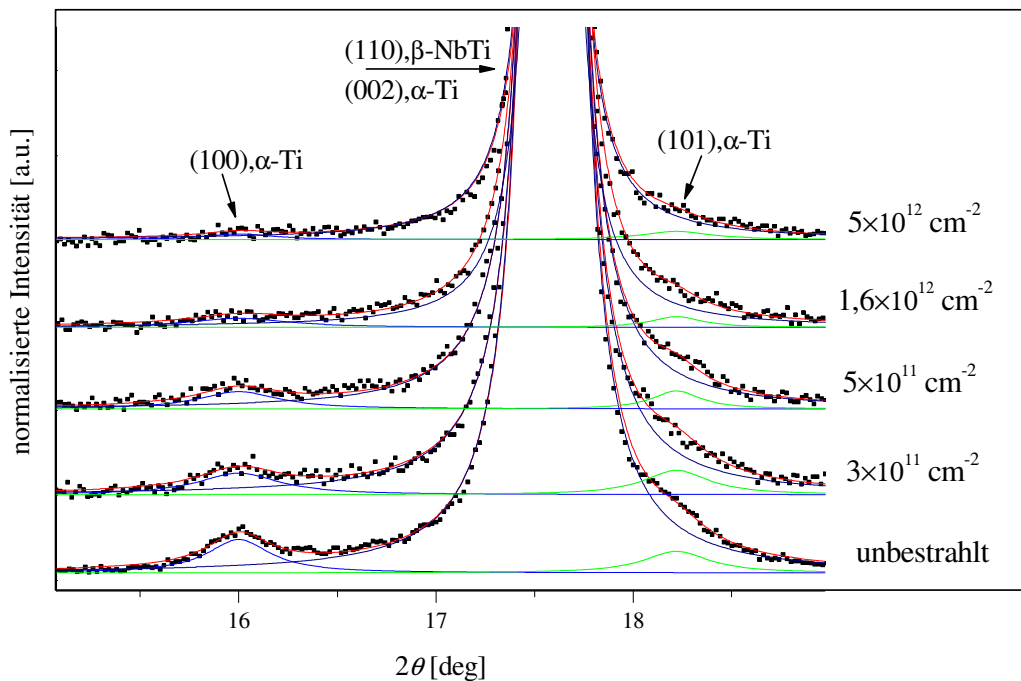


Abb. 4.2.6: Röntgenbeugungsbilder von NbTi-Filamenten der Probe *Walter1* vor und nach der Bestrahlung mit 2,6-GeV U-Ionen (53 keV/nm) unterschiedlicher Fluenz

Die Fläche der (100)- α -Ti-Reflexe wurde mit Hilfe einer Lorentz-Anpassung im Intervall zwischen 15° und 19° bestimmt und ist in Abhängigkeit von der Ionenfluenz in Abbildung 4.2.7. dargestellt.

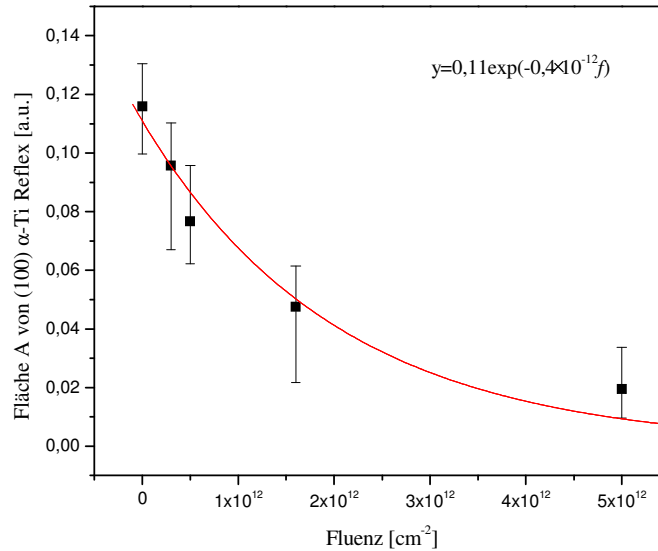


Abb. 4.2.7: Fläche der (100)- α -Ti-Reflexe als Funktion der Fluenz für die Bestrahlung mit 2,6-GeV U-Ionen (53 keV/nm)

Die Fläche der (100)- α -Ti-Reflexe nimmt mit steigender Fluenz exponentiell ab. Dieses Verhalten tritt typischerweise dann auf, wenn sich effektive Wirkungsbereiche einzelner Ionen überlappen. Wenn die Eindringtiefe des Ions bedeutend größer als die Probendicke ist und die durch ein Einzelion modifizierte Zone sich geradlinig durch die Probe ausbreitet, kann die Querschnittsfläche als Funktion der Fluenz mit der Poisson-Gleichung beschrieben werden [Gibbons72]:

$$A = A_0 \exp(-S \cdot f), \quad 4.2.1$$

wobei A_0 und A die Flächen der Reflexe von unbestrahlter bzw. bestrahlter Probe sind und f die Ionenfluenz ist. In der Annahme, dass der effektive Wirkungsbereich von Ionen eine zylindrische Geometrie hat und eine scharfe Grenze zur umgebenden Matrix bildet, kann der Spurendurchmesser D

$$S = D^2 \cdot \pi / 4 \quad 4.2.2$$

bestimmt werden. Der Durchmesser des Wirkungsbereiches der mit 2,6-GeV U-Ionen bestrahlten Probe *Walter1* beträgt danach 7 ± 1 nm und stimmt in etwa mit TEM-Beobachtungen von 5 nm breiten diskontinuierlichen Spuren (U, 33 keV/nm) in reinem Ti überein [Dammak96]. In diesen Untersuchungen wurde außerdem eine Phasenumwandlung von α - zu ω -Ti bei Fluenzen von etwa 10^{12} cm^{-2} (im Bereich der Spurenüberlappung) nachgewiesen.

Es ist bekannt, dass Ausscheidungen der ω -Ti-Hochdruck-Phase Flussschlauch-Pinning stark begünstigen und damit den kritischen Strom vergrößern [Buckett87], [Kramer67]. Es soll auch erwähnt werden, dass sich kleine kugelförmige Ausscheidungen von ω -Ti nach der Härtung durch rapide Abkühlung schon während der Herstellung von NbTi-Filamenten ausbilden können [Buckett87].

Bei Röntgenuntersuchungen mit der Pulvermethode konnte in den hier betrachteten Filamenten die ω -Ti-Phase nicht identifiziert werden. Es ist nicht klar, ob die ω -Phase abwesend ist, oder aufgrund des Zusammenfallens des stärksten (101)- ω -Ti-Reflexes mit dem (110)- β -NbTi-Reflex verdeckt wird. Die komplexe Mikrostruktur der Filamente wird durch die thermo-mechanische Behandlung während des Herstellungsprozesses erzeugt. Außerdem entsteht eine Vorzugsorientierung der β -, α - und ω -Phasen zueinander und auch relativ zur Geometrie des gesamten Filaments [Rabinkin81]. Da die Filamente polykristallin sind, mit Rotationssymmetrie entlang der Filamentachse, reduzieren sich die Orientierungszusammenhänge auf folgende einfache Erkenntnisse: Die β -Phase hat eine $\langle 110 \rangle$ -Fasertextur (s. Kap. 3.1.2); d.h. für den idealisierten Fall, dass die (110)-Ebenen aller β -Ti-Kristallite willkürlich orientiert sind, deren Normalen aber streng parallel zur Filamentachse liegen. Die (0001)-Basisebenen der α -Phase liegen vorzugsweise senkrecht und die (0001)-Basisebenen der ω -Phase parallel zur Filamentachse. Als Beispiel sind die zwei Orientierungszusammenhänge β - zu α - und α - zu ω -Phase schematisch in Abbildung 4.2.8 dargestellt.

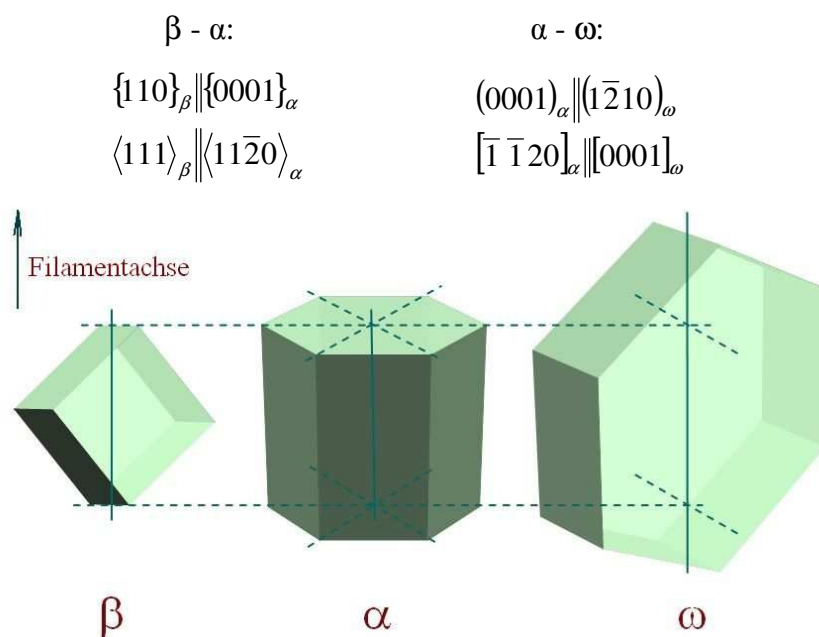


Abb. 4.2.8: Schematische Darstellung der Orientierungszusammenhänge der β -, α - und ω -Phasen

Diese Orientierungszusammenhänge zwischen den unterschiedlichen Phasen erklären auch die bei der Analyse der Röntgenbeugungsaufnahmen auftretenden Probleme, und zwar, dass der Abbau der α -Ti-Phase mit Röntgenstrukturanalyse zwar verfolgt werden konnte, aber diese Phasenumwandlung nicht mit dem Nachweis einer neu gebildeten Phase vervollständigt werden kann. Bei der Röntgenstrukturanalyse können die Filamente, wegen der Geometrie des Filaments – einige μm im Durchmesser und geringe Menge zur Verfügung stehendes Probenmaterial – nur senkrecht zur Filamentachse gemessen werden. Die Filamente können somit nicht in einem Bündel in der Bragg-Brentano Geometrie (s. Kap. 3.1) senkrecht zum Filamentquerschnitt vermessen werden. So ist bei der Aufnahme des Röntgenbeugungsbildes senkrecht zur Filamentachse die Intensität der ω -Ti-Phase zu klein und der (110)- β -NbTi-Reflex fällt mit den stärksten Reflexen der ω -Ti- und α -Ti-Phase zusammen (s. Tab. 4.2). Hingegen ließe es die Textur sehr wohl zu, an einem Querschnitt des Filaments sowohl die α -Ti- als auch die ω -Ti-Phase zu identifizieren. Dabei sind die $\{1000\}$ -Ebenenschar der α -Ti-Phase und (0001)-Basisebene der ω -Ti charakteristisch.

Im Gegensatz zu den röntgendiffraktometrischen Untersuchungen ist es mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie möglich, bei der zur Verfügung stehenden kleinen Probenmenge einen zur Identifizierung der ω -Ti-Phase geeigneten Querschnitt eines Filaments zu untersuchen (s. Kap. 3.2.1). Die α -Ti- und ω -Ti-Reflexe sind in den Elektronen-Feinbereichsbeugungsaufnahmen der Querschnitte von unbestrahlten und mit 2,3-GeV Pb-Ionen (43 keV/nm , 10^{12} cm^{-2}) bestrahlten Filamenten zu sehen (s. Abb. 4.2.9). Die Tabelle 4.2 enthält die Indizierung der aus den Elektronenbeugungsaufnahmen berechneten Zwischengitterabstände (d_{HKL}) der beobachteten Reflexe und die entsprechenden Daten aus verschiedenen Veröffentlichungen für Reflexe der β -NbTi-, α -Ti- und ω -Ti-Phase. Die Konzentration der α -Ti- und ω -Ti-Phasen ist in den hier untersuchten Filamenten jedoch so klein, dass eine quantitative Phasenanalyse ausgeschlossen ist.

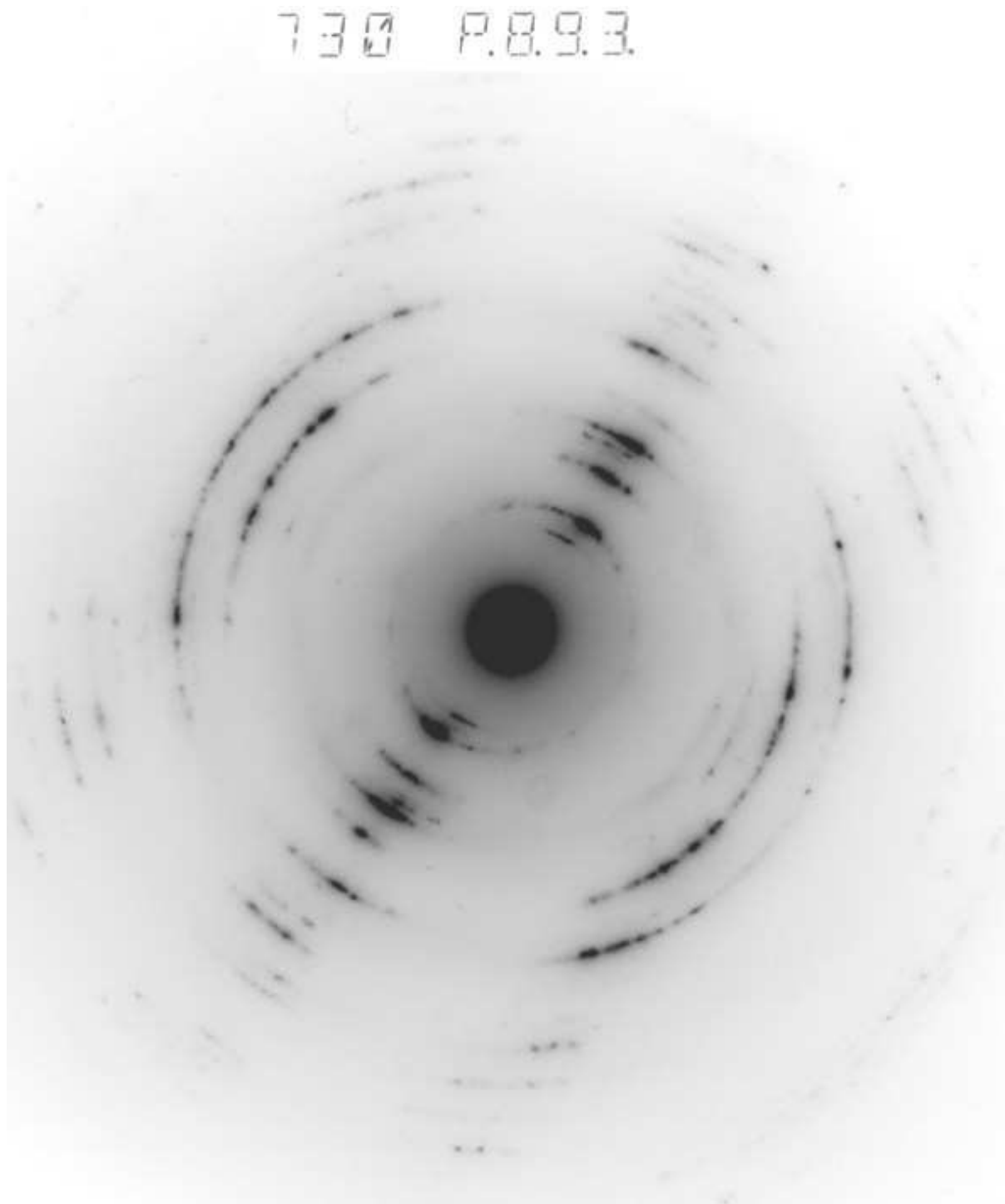


Abb. 4.2.9: Elektronenbeugungsaufnahme (TEM) eines mit 2,3-GeV Pb-Ionen (43 keV/nm , 10^{12} cm^{-2}) bestrahlten Filamentquerschnitts

Tabelle 4.2: Linke Spalte: aus Elektronenbeugungsaufnahmen berechnete Zwischengitterabstände (d_{HKL}). Spalte 2-10: Literaturwerte von Zwischengitterabständen (d_{HKL}) (Röntgen), Intensitäten (Int.) und Millerschen Indizes (hkl) der β -NbTi-, α -Ti- und ω -Ti-Phase

	β [POWD-12]			α [Sailer93]			ω [Ming81]		
d_{HKL}	d_{HKL}	Int.	hkl	d_{HKL}	Int.	hkl	d_{HKL}	Int.	hkl
2,73							2,82	50	001
2,44				2,55	25	100			
2,23	2,32	999	110	2,34	30	002	2,31	100	101
				2,24	100	101			
1,73				1,72	13	102	1,77	50	111
1,59	1,64	135	200				1,63	75	300
1,43				1,47	11	110			
1,36							1,41	35	002
1,30	1,34	223	211	1,33	11	103	1,34	75	300
1,20				+			1,20	80	112
1,18									
1,17				+			+		
1,12	1,16	59	220						
1,05							+		
1,00	1,04	75	310				+		
0,94				+			+		

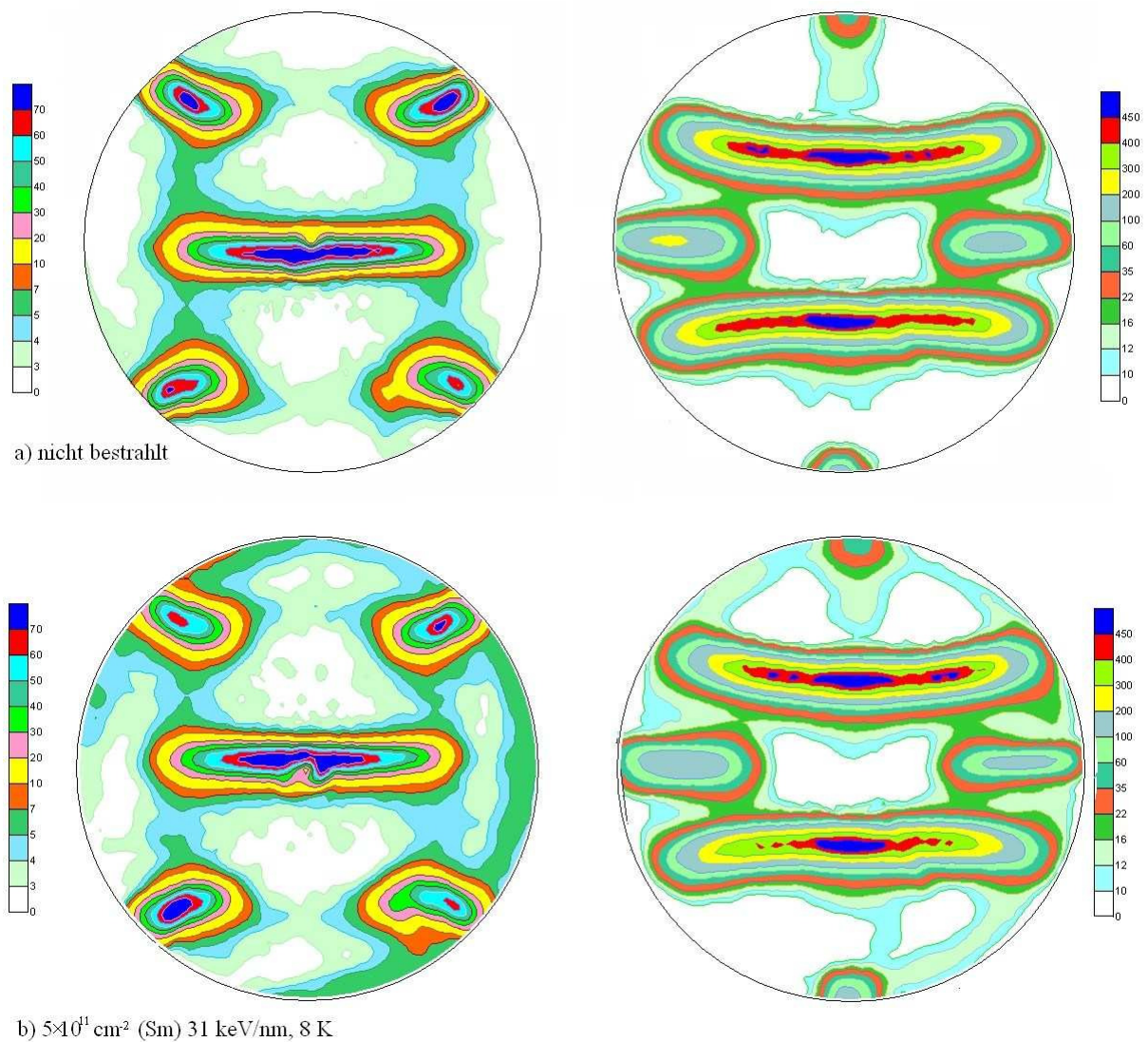
Der spezifische Massenkontrast der α -Ti-Phase auf den TEM-Aufnahmen des Filamentquerschnittes vor und nach der Bestrahlung erscheint unverändert (s. Abb. 1.2.2). Dies deutet an, dass offensichtlich kein deutlicher Materialtransport zwischen der Matrix und den Ausscheidungen abläuft. Mit Hilfe der TEM-Aufnahmen konnten in der β -Matrix keine 'Ionenspuren', die durch einzelne Projektile erzeugt wurden, beobachtet werden.

Aus den Elektronenbeugungsdaten am TEM und unter Berücksichtigung der Untersuchungen an reinem Ti (hcp) [Dammak96] liegt auch im Fall der hier untersuchten NbTi-Filamente eine strahlinduzierte Phasenumwandlung von α -Ti nach ω -Ti vor. Die ω -Ti-Ausscheidungen können möglicherweise starke Haftzentren für magnetische Flußschläuche sein [Buckett87], [Kramer67]. Um den Einfluss der Schwerionenbestrahlung auf die Supraleitungseigenschaften genauer zu beurteilen, sind allerdings Messungen der kritischen Parameter der Supraleitung notwendig.

4.3 Texturuntersuchungen an NbTi-Folien

Die Folien haben, wie TEM-Untersuchungen zeigen, eine feinkörnige Mikrostruktur mit einer Korngröße von etwa 250 nm, sind einphasig (β -NbTi-Phase) und besitzen eine deutliche $(100)[\bar{1}10]$ -Textur (s. Kap. 3.1.2). Die Bestrahlungen erfolgten senkrecht sowie unter Winkeln von 45° und 35° zur Folienoberfläche (s. Kap. 2.2). TEM-Untersuchungen zeigten weder durch die Bestrahlung induzierte Veränderungen der Mikrostruktur noch Ionenspuren.

Die Textur wurde am Vierkreisdiffraktometer vermessen und ist als Polfigur (s. Kap. 3.1.2) für die unbestrahlte und bestrahlte NbTi-Folie in Abbildung 4.3 dargestellt.



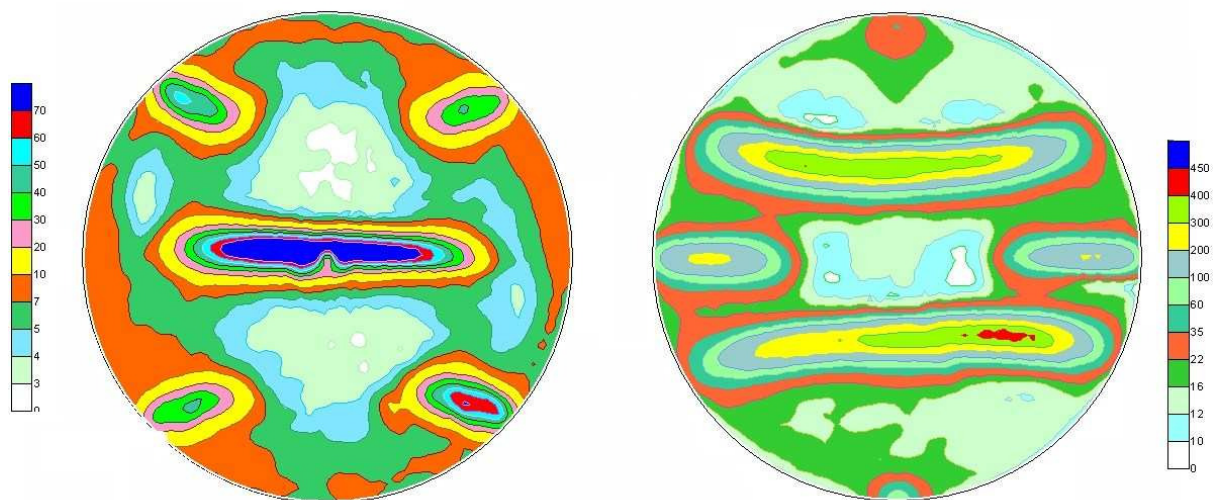
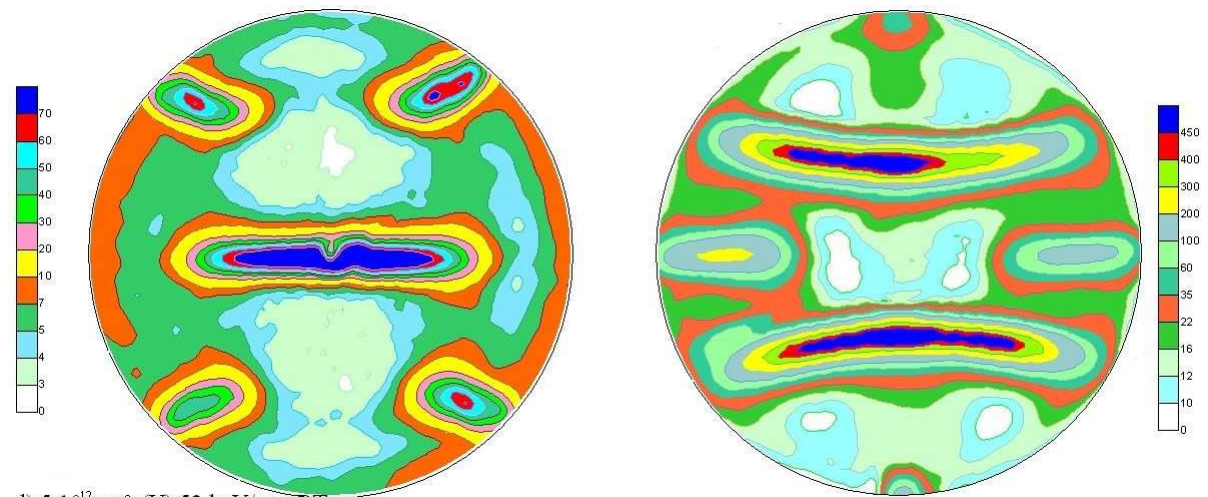
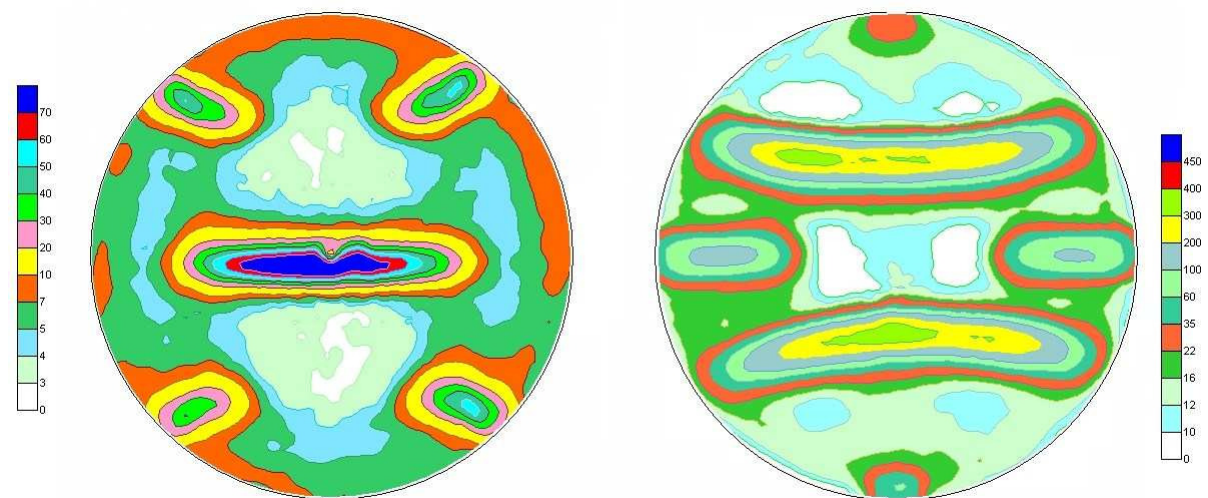
c) $1 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ (U) 53 keV/nm, RTd) $5 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ (U) 53 keV/nm, RTe) $7,6 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ (U) 53 keV/nm, RT

Abb. 4.3a-e: Polfiguren (links: (100), rechts: (110)) von NbTi-Folien (a) vor und nach der Bestrahlung mit unterschiedlichen Fluenzen

Durch die Bestrahlung erhöht sich im Allgemeinen der Untergrund der Polfiguren, sowohl bei (100) als auch bei (110). Der Effekt nimmt mit steigender Fluenz und größer werdendem elektronischen Energieverlust zu. Außerdem verbreitert sich das Profil der Reflexe. Die Intensität der (100)-Polfigur in azimuthaler Richtung ($\chi^* = 10$, s. Abb.3.1.2.2) ist relativ zum Gebiet mit der niedrigsten Intensität der Polfigur ($\varphi = 0$ und $\chi = 45$, s. Abb. 3.1.2.2) deutlich größer geworden, gleichzeitig ist auch eine Reduzierung der Intensität von parallel zum Strahl liegenden (100)-Ebenen ($\varphi = 45 + \pi/2$, $\chi = 0$) zu sehen. Die Intensität der parallel zur Folienoberfläche orientierten (100)-Ebenen ($\alpha = 90$) scheint unverändert. Die Intensität der Reflexe der (110)-Polfiguren reduziert sich, ausgenommen der mit $5 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ bestrahlten Probe.

Die Experimente mit anderer Bestrahlungsgeometrie haben keine weiteren Erkenntnisse gebracht. Die Folie wurde unter Winkeln von 45° und 55° zum Strahl gekippt und mit U-Ionen bestrahlt. Bei solcher Strahlgeometrie sind die (110)- bzw. (111)-Ebenen senkrecht zum Strahl orientiert. Es wurde kein Zusammenhang zwischen der Strahlgeometrie und der Art der Schäden in der Folie festgestellt.

Im Gegensatz zu den hier untersuchten NbTi-Folien wurden an nanokristallinen Ti- und TiN-Filmen (aufgedampft auf (001) Si-Substrat) deutliche Texturveränderungen beobachtet, ausgelöst durch Hochfluenzbestrahlungen (1×10^{14} bis $1,8 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$) mit 350-MeV Au-Ionen [Zizak05]. Dabei wurde die Zerstörung der Rotationssymmetrie der Textur in Abhängigkeit von der Probeorientierung relativ zum Ionenstrahl und eine kontinuierliche Rotation der gesamten Schichttextur entgegen der Richtung des Ionenstrahls festgestellt. Diese Phänomene lassen sich durch Rotation der Kristallkörner an Korngrenzen während der Bestrahlung erklären, die durch plastisches Fließen begünstigt wird. Die Korngrenzen können als amorph betrachtet werden. Da es sich um einen nanokristallinen Werkstoff handelt, ist der Volumenanteil der Korngrenzen sehr groß. Kristallkörner rotieren abhängig von der Strahlrichtung wie in einer Flüssigkeit ohne jeden Rekristallisationsprozess.

* der α -Winkel der Polfiguren fängt bei 5 Grad an, die Aufnahme eines Röntgenbildes bei kleineren Winkeln ist in diesem Fall nicht möglich (s. Kap. 3.1.2)

In dieser Arbeit sind die Kristallkörner relativ groß, daher kann die gleiche Erklärung hier nicht angewendet werden. Die Vergrößerung des Untergrundes wird möglicherweise durch die Zunahme der Defekte in der Probe sowie durch eine Verschlechterung der Oberflächenqualität hervorgerufen. Bei Texturuntersuchungen sind die Messungen am Rand der Polfigur am empfindlichsten gegenüber solchen Störungen. Die azimutale Vergrößerung der Intensitäten kann allerdings nicht durch den erhöhten Untergrund erklärt werden, da gleichzeitig die Reduzierung der Intensitäten von parallel zum Strahl liegenden (100)-Ebenen ($\varphi = 45^\circ$, $\chi = 0^\circ$) stattfindet. Möglicherweise finden lokalisierte Rekristallisationsprozesse z.B. entlang der Ionenbahn statt, so dass teilweise eine neue, durch den Strahl vorgegebene Texturierung in der Folie entsteht.

4.4 „In-situ“ Widerstandsmessungen an Filamenten

Aufbau und Ablauf der „in-situ“ Widerstandsmessungen sind detailliert in Kapitel 2.2 dargestellt.

In Abbildung 4.4.1 ist die relative Widerstandsänderung eines Filaments als Funktion der Fluenz für verschiedene Bestrahlungen (2,7-GeV U, 1,5-GeV Xe, 43-GeV Au und 260-MeV Cr) gezeigt.

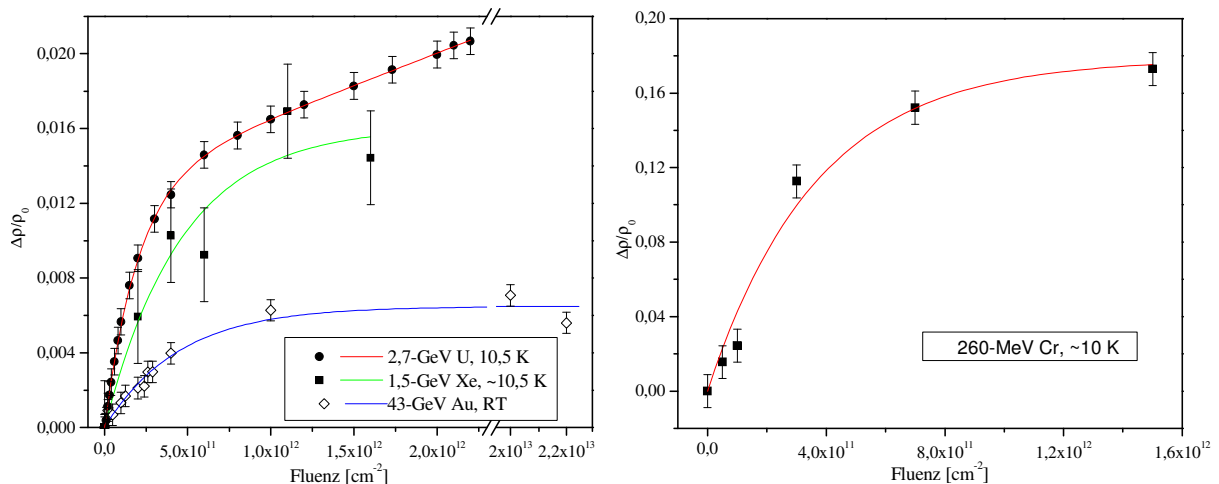


Abb. 4.4.1: Relative Widerstandsänderung des Filamentes *Nuclotron* als Funktion der Fluenz. Die Linien stellen Anpassungen an die Daten entsprechend Gleichung 4.4.1 dar

Der spezifische Widerstand steigt für alle Bestrahlungen unterhalb von etwa $5 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ linear an, während bei höheren Fluenzen Sättigung (Au-Ionen bei Raumtemperatur) bzw. ein Verlauf Richtung Sättigung (U-Ionen) beobachtet wird. Die anfängliche Veränderung des Widerstandes, nämlich der schnelle lineare Anstieg, hängt mit

den Materialmodifikationen durch einzelne Ionen zusammen. Der Widerstand in diesen von einzelnen Ionen getroffenen Gebieten ist größer als derjenige der unbestrahlten Matrix. Die bei hohen Fluenzen eintretende Abweichung vom linearen Anstieg oder Sättigung ist ein typischer Effekt, der einfacher oder mehrfacher Überlappung von Wirkungsbereichen der Ionen zugeschrieben wird.

Ein ähnliches Verhalten des spezifischen Widerstandes wurde bereits in früheren Arbeiten von Schmelz and Ischenko [Schmelz77] bzw. von Dammak et al. [Dammak96] beschrieben. In Abbildung 4.4.2 sind die experimentellen Daten aus diesen beiden Veröffentlichungen dargestellt.

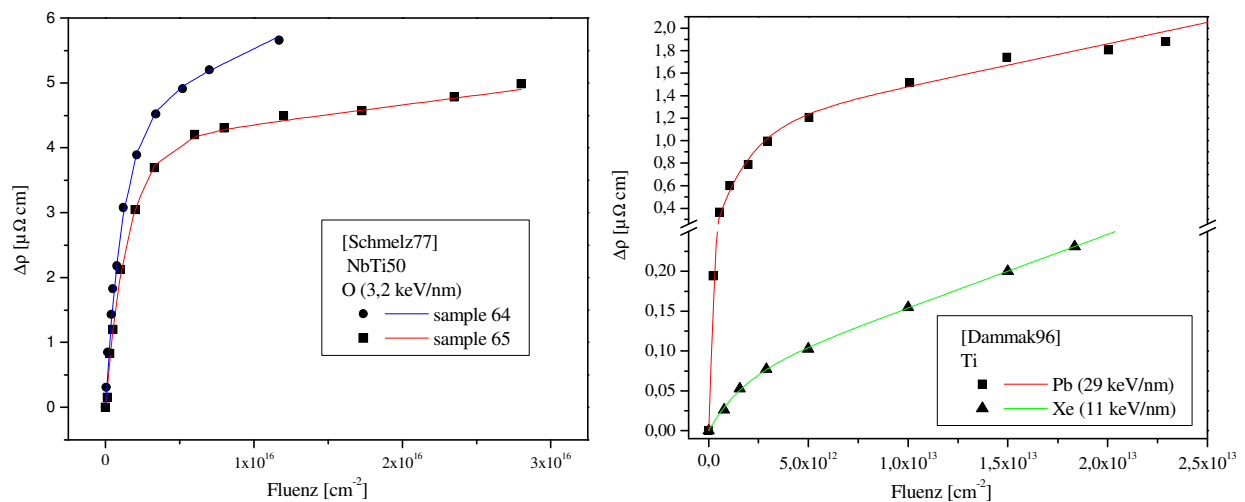


Abb. 4.4.2: Widerstandsänderung als Funktion der Fluenz: (oben) zweier *NbTi50*-Folien [Schmelz77] bestrahlt mit 25-MeV O (3,2 keV/nm); (unten) eines mit 5-GeV Xe (11 keV/nm) und 4,5-GeV Pb (29 keV/nm) bestrahlten Ti-Bands. Die Linien sind mittels Gleichung 4.4.1 erhaltene Anpasskurven

Bei [Schmelz77] wurden NbTi-Folien mit 25-MeV O bestrahlt. $\Delta\rho(f)$ steigt rasch, bis die Fluenz einen Wert von etwa $7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ erreicht, und wächst dann langsam weiter. Der unterschiedliche Verlauf der beiden Datensätze zeigt die Streuung der Widerstandsdaten von Probe zu Probe.

* Kurvenanpassung nicht aus Literatur

Bei der Bestrahlung eines einige Mikrometer dicken Ti-Bandes wurde ein von der deponierten Energie abhängiges Verhalten des spezifischen Widerstandes beobachtet [Dammak96]. Man unterscheidet drei Energieintervalle: bei niedrigeren Energieverlusten $(dE/dx)_e < 10$ keV/nm wächst der Widerstand langsam und nahezu linear, bei Energieverlusten zwischen 10 keV/nm und 33 keV/nm steigt er zu Beginn bis zu einer Fluenz von etwa $5 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ schnell an und wächst danach langsam linear weiter (dieser Fall ist in Abb. 4.4.2 (unten) dargestellt), bei Energieverlusten von mehr als 33 keV/nm steigt er stark an und erreicht wesentlich höhere Werte.

Aus den hier gemessenen und den Literaturdaten wurde mittels der Poisson-Gleichung (s. Kap. 4.2, Gl. 4.2.1) der Durchmesser des effektiven Wirkungsbereiches von Ionen ermittelt [Gibbons72]. Dabei wird angenommen, dass während des Durchganges ein Ion in diesem Bereich Defekte produziert, bei wiederholtem Ionendurchtritt durch eine bereits getroffene Stelle jedoch keine weitere Änderung des spezifischen Widerstands ρ_∞ eintritt. Für den Fall, dass das Verhältnis von Anfangs- ρ_0 zu Endwertes ρ_∞ des spezifischen Widerstandes $\rho_\infty/\rho_0 \approx 1$ ist [Klaumünzer93], gilt:

$$\Delta\rho = \Delta\rho_{\max} \cdot (1 - e^{-Sf}), \quad 4.4.1$$

wobei $\Delta\rho = \rho - \rho_0$, $\Delta\rho_{\max} = \rho_\infty - \rho_0$ und $S = D^2 \cdot \pi/4$ der Querschnitt des effektiven Wirkungsbereiches eines einzelnen Iones ist, wie bereits in Gleichung 4.2.2 definiert. Die Widerstandsdaten und die mit Gleichung 4.4.1 berechneten Wirkungsdurchmesser (als D_2 bezeichnet) sind in Tabelle 4.4 dargestellt. Bei dieser Anpassung wurde der leichte lineare Anstieg im Hochfluenzbereich (Abb. 4.4.1 – 4.4.2) nicht berücksichtigt.

Eine weitere Analyseemethode, die auch diesen Anteil einschließt, ist die Anpassung der experimentellen Daten mit Defekt-Differenz-Produktions-Kurve (DDPK) ($\dot{\Delta\rho} = d\Delta\rho/df$ versus $\Delta\rho$) [Dammak93]. Die DDPK kann bei niedrigen und hohen Fluenzen linear angenähert werden:

$$\dot{\Delta\rho} = \dot{\Delta\rho}_0 - p_0 \Delta\rho \quad 4.4.2$$

gilt bei niedrigen Fluenzen, wobei $\dot{\Delta\rho}_0$ der Anfangsdefektproduktionswert ist und p_0 die Dimension einer Fläche hat.

$$\dot{\Delta\rho} = -p_\infty (\Delta\rho - \Delta\rho_\infty) \quad 4.4.3$$

gilt bei hohen Fluenzen, wobei $\Delta\rho_\infty$ der Unterschied zwischen Anfangs- und Sättigungswert des spezifischen Widerstandes ist und p_∞ die Dimension einer Fläche hat.

Der lineare Anstieg (statt komplette Sättigung) bei hohen Fluenzen deutet auf einen zweiten Defektmechanismus hin. Ein durch das Material fliegendes Ion hinterlässt einen beschädigten zylindrischen Bereich einer Fläche von $S_1 = \pi D_1^2/4$, der zu einem Anstieg des spezifischen Widerstandes ρ_1 in diesem Bereich führt. Einige Defekte zwischen zwei konzentrischen Zylindern mit den Durchmessern D_1 und D_2 ($D_1 < D_2$) rekombinieren oder/und bilden Agglomerate; einen Hinweis hierfür erhält man aus den berechneten Widerstandswerten in der Arbeit von Dammak [Dammak96], wobei der Widerstand ρ_2 im Bereich D_2 kleiner ist als der ursprüngliche Wert der Legierung ($\rho_2 < \rho < \rho_1$). Die Widerstände der beiden Wirkungsbereiche von Ionen können durch folgende Gleichung berechnet werden:

$$\Delta\rho = \rho_2[1 - e^{-S_1 f}] + (\rho_1 - \rho_2)[1 - e^{-S_2 f}] S_1 / S_2,$$

$$\text{wobei} \quad S_1 = p_\infty, \quad \rho_1 = \dot{\Delta\rho}_0 / p_\infty, \quad \text{und} \quad S_2 = \dot{\Delta\rho}_0 (p_0 - p_\infty) / (\dot{\Delta\rho}_0 - p_\infty \Delta\rho_\infty),$$

$$\rho_2 = \rho_1 (S_2 - p_0) / (S_2 - S_1).$$

Unter Verwendung von aus experimentellen Daten abgeleiteten Parametern $\Delta\rho_0$, p_0 , $\Delta\rho_\infty$ und p_∞ können die Flächen S_1 , S_2 und die spezifischen Widerstände ρ_1 , ρ_2 ermittelt werden.

In Abbildung 4.4.3 sind die DDPK der Bestrahlungsexperimente mit 2,7-GeV U (diese Arbeit) und 25-MeV O [Schmelz77] farbig dargestellt. Alle weiteren experimentellen Daten (260-MeV Cr, 43-GeV Au und 1,5-GeV Xe) sind ebenfalls dargestellt, werden jedoch auf Grund der geringen Zahl der Messpunkte bei den weiteren Betrachtungen nicht berücksichtigt.

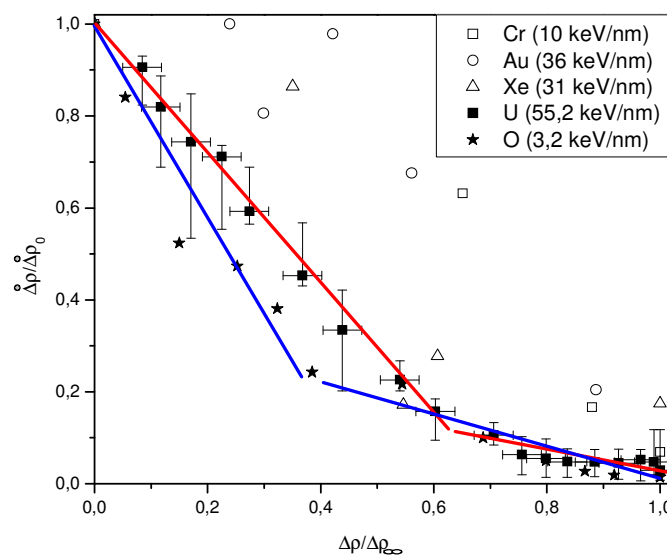


Abb. 4.4.3: Differenz-Defekt-Produktions-Kurve von experimentellen Daten für 2,7-GeV U (rot) und Literaturdaten für 25-MeV O *Sample-64* (blau)

Die laut Gleichung 4.4.1 und aus der DDPK ausgerechneten Durchmesser D_1 und D_2 , das Verhältnis ρ_1/ρ_2 , sowie die experimentellen Bedingungen sind in der Tabelle 4.4 dargestellt.

Tabelle 4.4: Experimentelle Bestrahlungsparameter und Auswertungen: Probenmaterial, Projektil und dessen Energie E , mit dem SRIM-03 Code [Biersack80], [Ziegler85] ausgerechnete elektronische $(dE/dx)_e$ und nukleare $(dE/dx)_n$ Energieverluste, prozentuelle Veränderung des spezifischen Widerstandes, Durchmesser D_2 (Gleichung 4.4.1) und D_1 , D_2 (DDPK), Verhältnis der spezifischen Widerstände ρ_1/ρ_2 der betroffenen Gebiete mit den Durchmessern D_1 und D_2

Probe	Ion	E , GeV	$(dE/dx)_e$, keV/nm	$(dE/dx)_n$, keV/nm	ρ_k/ρ_0	D_1 , nm	D_2 , nm	ρ_1/ρ_2
NbTi	U	2,7	55,2	0,065	$1,0207 \pm 0,0003$	10 ± 4	$24,8 \pm 0,3$	$10,1^{+22,6}_{-4,7}$
NbTi	Au	43	36,0	0,03	$1,009 \pm 0,001$	-	17 ± 6	-
NbTi	Xe	1,5	31,0	0,03	$1,015 \pm 0,003$	-	17 ± 10	-
NbTi	Cr	0,26	10,0	0,009	$1,17 \pm 0,01$	-	19 ± 8	-
NbTi**	O	0,025	3,2*	0,004*	-	0,2*	0,6*	4,2*
Ti***	Xe	5	10,9	-	-	2,2	9,3	2,8
Ti***	Pb	4,5	28,9	-	-	2,8	9,4	9,8

Wie man aus der Tabelle 4.4 entnehmen kann, liegt das Verhältnis der Anfangs- und Endwerte des spezifischen Widerstandes bei etwa 1 (Tab. 4.4, 6 Spalte). Eine Ausnahme stellt die Cr-Bestrahlung dar, wo der Unterschied zwischen Anfangs- und Endwert aus bisher nicht verstandenen Gründen 1,17 beträgt.

Der Durchmesser D_2 des effektiven Wirkungsbereiches von Ionen ist innerhalb der Fehler etwa gleich und beträgt $24,8 \pm 0,3$ nm für 2,7-GeV U, 17 ± 6 nm für 43-GeV Au, 17 ± 10 nm für 1,5-GeV Xe und 19 ± 8 nm für 260-MeV Cr.

Die aus der DDPK ermittelten Durchmesser D_1 , D_2 betragen 10 ± 4 bzw. $24,8 \pm 0,3$ nm für 2,7-GeV U und sind somit um eine Größenordnung größer als Literaturwerte 0,2 bzw. 0,6 nm für die Bestrahlung mit 25-MeV O [Schmelz77]. Auch die Literaturwerte für den Fall des mit 5-GeV Xe und 4,5-GeV Pb bestrahlten Ti-Bandes [Dammak96] liegen mit 2,2 und 9,3 bzw. 2,8 und 9,4 nm deutlich unter den hier beschriebenen Ergebnissen. Dass sich D_1 , D_2 für NbTi (diese Arbeit), NbTi [Schmelz77] und Ti [Dammak96] so stark unterscheiden, liegt vermutlich an dem deutlichen Unterschied des elektronischen Energieverlustes der beiden Bestrahlungen (55,2 keV/nm (NbTi, diese Arbeit), 3,2 keV/nm (NbTi, [Schmelz77]) und 28,9 keV/nm (Ti, [Dammak96])).

* Diese Arbeit

** [Schmelz77]

*** [Dammak96]

Bei dem Experiment mit 2,7-GeV U-Ionen wurde zusätzlich eine Probe im Kryostaten bestrahlt, so dass in Bestrahlungspausen die **kritische Temperatur** des supraleitenden Überganges gemessen werden konnte. Es wurde festgestellt, dass die Sprungtemperatur des NbTi-Supraleiters durch die Bestrahlung nicht signifikant beeinflusst wird: Für eine unbestrahlte Probe wurde eine nominale Sprungtemperatur von 9,79 K gemessen (9,6 K laut Literatur [Collings86]), nach der Bestrahlung mit einer Fluenz von $2,2 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ betrug sie 9,80 K. Die Widerstandsmessungen selbst wurden bei konstant gehaltener Temperatur von $10,50 \pm 0,005 \text{ K}$ durchgeführt. Bei der Betrachtung der Temperaturmessgenauigkeit ist die Veränderung der Sprungtemperatur unbedeutend.

In der Literatur wird von einer maximalen Veränderung der kritischen Temperatur um 0,6 K nach einer Bestrahlung mit 14,8-MeV Neutronen berichtet [Konynenburg81] (s. Kap. 2.4).

4.5 Schlussfolgerung

Als Ergebnis der Schwerionenbestrahlung wurde der Abbau der α -Ti-Phase und die Abnahme der β -NbTi-Textur von Filamenten mit steigendem elektronischen Energieverlust und zunehmender Ionenfluenz festgestellt. TEM-Untersuchungen und Analyse der Literaturquellen [Dammak96] deuten auf eine strahlinduzierte Umwandlung der α -Ti- in die ω -Ti-Phase. Zur Klärung des strahlinduzierten Abbaus der Textur von Filamenten wurden außerdem Texturuntersuchungen an NbTi-Folien durchgeführt. Bei Folien ist nach der Bestrahlung eine azimutale Vergrößerung der Intensität und gleichzeitig eine Verringerung der Intensitäten der Reflexe von parallel zum Strahl ausgerichteten $\{100\}$ -Ebenen zu sehen. Für die Zunahme des spezifischen Widerstandes von Filamenten während der Bestrahlung ist die wachsende Konzentration von Defekten in der Probe verantwortlich.

Aus der Analyse der Röntgenaufnahmen und den in-situ Messungen des Widerstandes der Filamente wurde ein effektiver Durchmesser des Wirkungsbereiches von Ionen abgeleitet. Hierzu wurde die Fläche der α -Ti-Reflexe als Funktion der Fluenz unter Annahme eines exponentiellen Abfalls nach dem Poisson-Gesetz ausgewertet. So ergibt sich für die mit 2,6-GeV U-Ionen (53 keV/nm) bestrahlten Filamente *Walter1* ein Durchmesser von $7 \pm 1 \text{ nm}$. Aus den fluenzabhängigen Widerstandsmessungen wurden mit Hilfe der Defekt-Differenz-Produktions-Kurven (DDPK) zwei Parameter von unterschiedlichen Schädigungsprozessen ermittelt, die in einer radialen Zone um die Ionentrajektorie herum mit den Durchmessern D_1 und D_2 ($D_1 < D_2$) stattfinden. Für die Bestrahlung mit 2,7-GeV U (55 keV/nm) des Filaments

Nuclotron wurden Werte von $D_1 = 10 \pm 4$ nm und $D_2 = 24,8 \pm 0,3$ nm ermittelt. Da der spezifische Widerstand einer Legierung die Summe der mit den prozentualen Volumenanteilen gewichteten spezifischen Widerstände der vorhandenen Phasen ist [Kováčik98] und da außerdem die α -Ti-Phase nur etwa 6 Gw.-% ausmacht, ist der Beitrag der strahlinduzierten α -Ti-Phasenumwandlung zum gemessenen spezifischen Widerstand sehr gering. Auf diese Weise beziehen sich die beiden Durchmesser D_1 und D_2 nur auf die β -NbTi-Phase. Die Röntgendaten deuten auf einen Abbau der α -Ti-Phase in einer zylindrischen Zone mit einem Durchmesser von etwa 7 ± 1 nm hin. Die Textur der NbTi-Legierung wird jedoch in einem größeren Spurbereich von etwa 10 ± 4 nm verändert und Widerstandsmessungen zeigen erhöhte Defektbildung in einem noch größeren Durchmesserbereich von etwa $24,8 \pm 0,3$ nm.

5 Zusammenfassung

Das geplante Internationale Beschleunigerzentrum FAIR (International Facility for Antiproton and Ion Research) an der GSI (Gesellschaft für Schwerionenforschung) wird mit supraleitenden Magneten ausgestattet. Auf Grund hoher Strahlintensitäten und damit verbundener Strahlverluste entstehen möglicherweise kritische Materialschäden in den Cu/NbTi supraleitenden Drähten der Magnetspulen [Latysheva03]. Strahlinduzierte Veränderungen der supraleitenden Eigenschaften der NbTi-Legierung wurden bereits intensiv vor 20 Jahren untersucht. Durch die Bestrahlung mit Protonen, Neutronen, Deuteronen und einigen mittelschweren Ionen (Sauerstoff, Bor, Phosphor) wurde eine Reduzierung des kritischen Stromes der supraleitenden Sprungtemperatur und des oberen kritischen Magnetfeldes und eine Erhöhung des spezifischen elektrischen Widerstandes festgestellt [Sekula78]. Diese Arbeit konzentrierte sich auf Bestrahlungseffekte verursacht durch Schwerionen mit großen elektronischen Energieverlusten, die im Gegensatz zu leichten Ionen in vielen Materialien große Veränderungen verursachen können.

Ein supraleitender Draht ist etwa 1mm im Durchmesser und besteht aus dünnen NbTi-Filamenten, die in Bündeln gruppiert sind und sich in einer Cu-Matrix befinden. Die einige μm dicken Filamente haben eine zweiphasige Mikrostruktur: β -NbTi (bcc) Matrix mit Ausscheidungen der α -Ti (hcp) Phase. Untersuchungen zeigten außerdem das Vorhandensein von hexagonalem ω -Ti. Die supraleitenden Eigenschaften der Legierung sind insbesondere durch die Mikrostruktur der Filamente bestimmt. Ausscheidungen der α - so wie auch der ω -Phase wirken als Haftzentren (Pinning-Zentren) und erhöhen dadurch den kritischen Stromwert. Durch die thermo-mechanische Bearbeitung bei der Drahtherstellung entsteht in der β -NbTi-Matrix eine $\langle 110 \rangle$ -Textur mit fester Orientierung der β -, α - und ω -Phasen zueinander.

Die Strahlexperimente wurden am UNILAC und SIS18 an der GSI durchgeführt. Die zu untersuchenden Filamente wurden hierfür aus der Cu-Ummantelung herausgelöst und mit Ionen unterschiedlicher Masse und Energie bestrahlt. Die strahlinduzierten Veränderungen der Legierung wurden mittels Röntgenbeugungsmethoden, Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) und *in-situ* Widerstandsmessungen verfolgt.

Mittels Röntgenbeugung wurde mit steigendem elektronischen Energieverlust und zunehmender Ionenfluenz der Abbau der α -Ti-Phase und die Abnahme der β -NbTi-Textur festgestellt. TEM-Untersuchungen und Analyse der Literaturquellen [Dammak96] deuten auf

eine strahlinduzierte Umwandlung der α -Ti- in die ω -Ti-Phase. Es wurden weder Veränderungen der Gitterabstände noch Hinweise auf Amorphisierung der β -NbTi-Matrix gefunden.

Untersuchungen von Texturveränderungen direkt an Filamenten waren wegen der sehr kleinen Filamentdurchmesser nicht erfolgreich. Weitere Untersuchungen wurden deshalb an 20 μm dicken NbTi-Folien durchgeführt, die eine einphasige Mikrostruktur (β -NbTi) und eine (100)[$\bar{1}$ 10]-Textur hatten. Durch die Bestrahlung ist der strahlinduzierte Abbau der Textur, azimutale Vergrößerung der Intensität zusammen mit der Verringerung der Intensitäten der Reflexe von parallel zum Strahl ausgerichteten {100}-Ebenen zu sehen.

Durch die Bestrahlung mit Schwerionen nimmt der spezifische Widerstand der Filamente zu. Zu Beginn der Bestrahlung ist dieser Anstieg bis etwa 5×10^{11} Ionen pro cm^2 etwa linear und strebt zur Sättigung bei Fluenzen höher als $1 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$. Die Veränderung des Widerstandes wird der mit zunehmender Fluenz wachsenden Konzentration von Defekten in der Probe zugeschrieben.

Bei TEM-Untersuchungen konnten keine einzelnen Ionenspuren identifiziert werden, zumindest nicht als amorphe zylindrische Zonen, wie sie typischerweise in nicht leitenden Materialien beobachtet werden. Auf Grund der Röntgenuntersuchungen bzw. der Widerstandsmessungen kann man jedoch davon ausgehen, dass in NbTi Schädigungsbereiche existieren. Aus der Analyse der Modifikationen als Funktion der Fluenz wurden Durchmesser dieser als zylindrisch angenommenen Bereiche von $7 \pm 1 \text{ nm}$ für die α -Ti-Phase bzw. $10 \pm 4 \text{ nm}$ und $24,8 \pm 0,3 \text{ nm}$ für die β -NbTi-Phase abgeleitet. Diese Werte liegen in der gleichen Größenordnung wie amorphe Spuren in Nichtleitern. Es findet eine α - ω -Phasenumwandlung in einem Schädigungsbereich mit einem Durchmesser von $7 \pm 1 \text{ nm}$ statt. Die Texturveränderungen verlaufen jedoch in einem größeren Bereich mit einem Durchmesser von etwa $10 \pm 4 \text{ nm}$, in einem noch größeren Durchmesserbereich von $24,8 \pm 0,3 \text{ nm}$ verändert sich durch den Ionenstrahl die Konzentration und Struktur von Defekten.

Aus Sicht des FAIR-Projekts ist es wichtig zu wissen, ob sich die supraleitenden Eigenschaften der NbTi-Drähte in Folge der Schwerionen-Bestrahlung verändern. Die hier durchgeführten Bestrahlungsexperimente mit Schwerionen ergaben, dass trotz der Umwandlung der α - in die ω -Phase, die Mikrostruktur der Legierung erhalten bleibt. Hierzu kann angemerkt werden, dass die supraleitenden Eigenschaften der Legierung im Wesentlichen durch die metallurgische Mikrostruktur der Filamente definiert sind. Außerdem eignen sich auch ω -Ti-Ausscheidungen als starke Haftzentren [Buckett87], [Kramer67]. Die

Ausprägung der Textur der Filamente nimmt ab, wobei hierbei die Stromtragfähigkeit der Legierung laut [Arndt74] zunehmen sollte. Bei früheren Untersuchungen mit Teilchenstrahlung wurde festgestellt, dass die kritischen Stromwerte im Allgemeinen infolge des Nachlassens von Grenzflächen-Pinning-Kräften sinken [Snead77], [Snead78], [Hampshire72]. Um die Strahlenresistenz der NbTi-Legierung hinsichtlich der Schwerionen-Bestrahlung beurteilen zu können, sind jedoch zusätzliche Messungen der kritischen supraleitenden Parameter notwendig.

In dieser Arbeit wurden Uranionen eingesetzt, um die Strahlenresistenz bei höchsten Energieverlusten zu testen. Bei FAIR werden die Magnetspulen jedoch nicht dem direkten Teilchenstrahl ausgesetzt, sondern vor allem einem Streustrahl, zusammengesetzt aus einer Vielzahl leichterer Teilchen, die aus Fragmentationsprozessen hervorgehen. Bestrahlungen von NbTi-Legierung mit Neutronen, Protonen und leichten Ionen (s. Kap. 1.5) zeigen Strahlenschäden, die langfristig zu einer Absenkung des kritischen Stromwertes der supraleitenden Drähte führen wird.

Literaturverzeichnis:

[Aaron62] P. A. Aaron and H. C. Hitchcock, Superconductors, New York, Interscience (1962) p. 115

[Abrikosov57] A. A. Abrikosov, On the Magnetic Properties of Superconductors of the Second Group, Soviet Physics JETP 5 (1957) 1174-1182

[Arndt74] R. Arndt and R. Ebeling, Einfluß von Gefügeparametern auf die Stromtragfähigkeit von Niob-Titan-Supraleitern, Zeitschrift für Metallkunde 65 (1974) 364-372

[Audouard87] A. Audouard, E. Balanzat, G. Fuchs, J. C. Jousset, D. Lesueur and L. Thomé, High-Energy Heavy-Ion Irradiations of Fe₈₅B₁₅ Amorphous Alloy: Evidence for Electronic Energy Loss Effect, Europhys. Lett 3 (1987) 327-331

[Audouard90] A. Audouard, E. Balanzat, J. C. Jousset, A. Chamberod, A. Dunlop, D. Lesueur, G. Fuchs, R. Spohr, J. Vetter and L. Thomé, Evidence for amorphisation of a metallic alloy by ion electronic energy loss, Phys. Rev. Lett. 65 (1990) 875-878

[Avasthi00] D. K. Avasthi, W. Assmann, H. Nolte, H. D. Mieskes, S. Ghosh and N. C. Mishra, Transport of oxygen atoms mediated by electronic excitation, Nucl. Instr. and Meth. B 166-167 (2000) 345-349

[Barbu91] A. Barbu, A. Dunlop, D. Lesueur, R. S. Averback, Latent Tracks Do Exist in Metallic Materials, Europhys. Lett. 15 (1991) 37-42

[Barbu98] A. Barbu, A. Dunlop, A. Hardouin Duparc, G. Jaskierowicz, N. Lorenzelli, Microstructural modifications induced by swift ions in the NiTi intermetallic compound, Nucl. Instr. and Meth. B 145 (1998) 354-372

- [Berman60] R. Berman, E. L. Foster, B. Schneidmesser and S. M. A. Tirmizi, Effects of Irradiation on the Thermal Conductivity of Synthetic Sapphire, J. Appl. Phys. 31 (1960) 2156-2159
- [Biersack80] J. P. Biersack and L. Haggmark, A Monte Carlo Computer Program for the Transport of Energetic Ions in Amorphous Targets, Nucl. Instr. and Meth. 174 (1980) 257-269
- [Birtcher81] R. C. Birtcher, B. S. Brown and T. L. Scott, Critical Current Changes in NbTi during Fast-Neutron Irradiation at 6 K, J. Nucl. Mater. 97 (1981) 337-338
- [Brown74] B. S. Brown, H. C. Freyhardt and T. H. Blewitt, Effects of low-temperature fast-neutron irradiation on ac losses in NbTi, J. Appl. Phys. 45 (1974) 2724-2727
- [BTR06] Baseline Technical Report, An International Accelerator Facility for Beams of Ions and Antiprotons, <http://www.gsi.de/fair/reports/btr.html>, GSI (september 2006)
- [Buckett87] M. I. Buckett and D. C. Larbalestier, Precipitation at Low Strains in Nb 46.5 wt.% Ti, IEEE Trans. Mag. 23 (1987) 1638-1641
- [Buckel90] W. Buckel, Supraleitung, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim (1990)
- [Campbell64] A. M. Campbell, J. E. Evetts and D. Dew-Hughes, The behaviour of type II superconductors, Phil. Mag. 10 (1964) 333-338
- [CDR02] Conceptual Design Report (CDR) for the GSI Future Project, An International Accelerator Facility for Beams of Ions and Antiprotons, Section: Facility, <http://www.gsi.de/fair/reports/index.html>, GSI (2002)
- [Chernyi02] O. V. Chernyi, N. F. Andrievskaya, V. O. Ilicheva, G. E. Storozhilov, P. J. Lee and A. A. Squitieri, The Microstructure and Critical Current Density of Nb-48 wt.%Ti Superconductor with very high Alpha-Ti Precipitate Volume and very high Critical Current, Adv. Cryo. Eng. 48 (2002) 883-890

[Coffey67] H. T. Coffey, E. L. Keller, A. Patterson and S. H. Autler, Effect of Low-Temperature Deuteron Irradiation on Some Type-2 Superconductors, *Phys. Rev.* 155 (1967) 355-363

[Collings86] E. W. Collings in: K. D. Timmerhaus, A. F. Clark (Eds.), *Applied Superconductivity, Metallurgy and Physics of Titanium Alloys*, Plenum Press, New York (1986) 490-491

[Cooley96] L. D. Cooley, P. J. Lee and D. C. Larbalestier, Flux-pinning mechanism of proximity-coupled planar defects in conventional superconductors: Evidence that magnetic pinning is the dominant pinning mechanism in niobium-titanium alloy, *Phys. Rev. B* 53 (1996) 6638-6652

[Couach75] M. Couach, J. Doublat and E. Bonjour, Effects of Fast Neutron Irradiation at low Temperature on the Properties of Nb-Ti Superconductor Wires, *IEEE Trans. Mag.* 11 (1975) 170-173

[Dammak93] H. Dammak, A. Barbu, A. Dunlop, D. Lesueur and N. Lorenzelli, Alpha-Omega Phase-Transformation Induced in Titanium during Ion Irradiations in the Electronic Slowing-Down Regime, *Phil. Mag. Lett.* 67 (1993) 253-259

[Dammak96] H. Dammak, A. Dunlop, D. Lesueur, Phase transformation induced by swift heavy ion irradiation of pure metals, *Nucl. Instr. and Meth. B* 107 (1996) 204-211

[Dammak98] H. Dammak, A. Dunlop, TEM observations of iron and nickel foils irradiated by MeV fullerenes at room temperature, *Nucl. Instr. and Meth. B* 146 (1998) 285-289

[DeSorbo63] W. DeSorbo, Effect of Dissolved Gases on Some Superconducting Properties of Niobium, *Phys. Rev.* 132 (1963) 107-123

[DeSorbo64] W. De Sorbo, The Peak Effect in Substitutional and Interstitial Solid Solutions of High-Field Superconductors, *Rev. Mod. Phys.* 36 (1964) 90-94

[Dew-Hughes74] D. Dew-Hughes, Flux Pinning Mechanisms in Type-II Superconductors, Phil. Mag. 30 (1974) 293-305

[Dimitrov93] C. Dimitrov, H. Dammak, P. Legrand, A. Dunlop, D. Lesueur, Displacement Damage and Chemical Disordering in Short-Range Ordered Alloys Irradiated by Swift Heavy Ions, Rad. Eff. and Def. Sol. 126 (1993) 115-118

[Dufour93] Ch. Dufour, A. Audouard, F. Beneu, J. Dural, J. P. Girard, A. Hairie, M. Levalois, E. Paumier and M. Toulemonde, A High-Resistivity Phase Induced by Swift Heavy-Ion Irradiation of Bi – A Probe for Thermal Spike Damage, J. Phys. Cond. Matter 5 (1993) 4573-4584

[Dufour96] Ch. Dufour, Z. G. Wang, M. Levalois, P. Marie, E. Paumier, F. Pawlak and M. Toulemonde, Sensitivity of metallic materials under irradiation with swift heavy ions, Nucl. Instr. and Meth. B 107 (1996) 218-222

[Dunlop89] A. Dunlop, D. Lesueur, G. Jaskierowicz and J. Schildknecht, Influence of very high electronic energy losses on defect configurations in self-ion irradiated iron, Nucl. Instr. and Meth. B 36 (1989) 412-419

[Dunlop92] A. Dunlop, D. Lesueur, Irradiation of metallic targets with high-energy heavy ions: High electronic excitation induced effects, Mater. Sci. Forum 97-99 (1992) 553-576

[Dunlop93] A. Dunlop and D. Lesueur, Damage creation via electronic excitations in metallic targets part I: Experimental, Rad. Eff. and Def. Sol. 126 (1993) 123-128

[Durrani87] S. A. Durrani, R. K. Bull, Solid State Nuclear Track Detection. Principles, Methods and Applications, Pergamon Press (1987)

[Freyhardt67] H. Freyhardt, P. Haasen, Magnetic Flux Gradients in Deformed Niobium Single Crystals at 4.2 Degrees K, Zeitschrift für Metallkunde 58 (1967) 856-863

- [Fietz67] W. A. Fietz and W. W. Weeb, Magnetic Properties of Some Type-II Alloy Superconductors near the Upper Critical Field, *Phys. Rev.* 161 (1967) 423-433
- [Fleischer65] R. L. Fleischer, P. B. Price and R. M. Walker, The ion explosion spike mechanism for formation of charged particle tracks in solids, *J. Appl. Phys.* 36 (1965) 3645-3652
- [Friedel63] J. Friedel, P. G. De Gennes and J. Matricon, Nature of the driving force in flux creep phenomena, *Appl. Phys. Lett.* 2 (1963) 119-121
- [Gibbons72] J. F. Gibbons, Ion implantation in semiconductors - Part II: Damage production and annealing, *Proc. IEEE* 60 (1972) 1062-1096
- [Ginzburg50] V. L. Ginzburg and L. D. Landau, *JETP USSR* 20 (1950) 1064
- [Goodman62] B. B. Goodman, The magnetic behavior of superconductors of negative surface energy, *IBM Journal of Research and Development* 6 (1962) 63-67
- [Hampshire72] R. G. Hampshire and M. T. Taylor, Critical Current-Density of Nb-60 at Percent Ti and Nb-25 at. Percent Zr Superconductors in Small Magnetic-Fields, *J. Phys. F: Metal Physics* 2 (1972) 89-106
- [Hassenzahl71] W. V. Hassenzahl, J. D. Rogers and W. C. Armstrong, The Effects of Radiation on Superconducting Nb-Ti Wire, *IEEE Trans. Nucl. Sci.* 18 (1971) 683-684
- [Henry92] J. Henry, A. Barbu, B. Leridon, D. Lesueur and A. Dunlop, Electron microscopy observation of titanium irradiated with GeV heavy ions, *Nucl. Instr. and Meth. B* 67 (1992) 390-395
- [Iwase88] A. Iwase, S. Sasaki, T. Iwata and T. Nihira, Defect Production and Defect Saturation Behavior in Nickel Irradiated with Heavy Ions in the Energy Range 84-120 MeV, *J. Nucl. Mater.* 155-157 (1988) 1188-1191

[Iwase92] A. Iwase, T. Iwata and T. Nihira, Defect Production by Electron Excitation in Cu and Ag, J. Phys. Soc. Jpn. 61 (1992) 3878-3882

[Klaumünzer83] S. Klaumünzer and G. Schumacher, Dramatic Growth of Glassy Pd₈₀Si₂₀ during Heavy-Ion Irradiation, Phys.Rev. Lett. 51 (1983) 1987-1990

[Klaumünzer86] S. Klaumünzer, Ming-dong Hou and G. Schumacher, Coulomb Explosions in a Metallic Glass Due to the Passage of Fast Heavy Ions?, Phys. Rev. Lett. 57 (1986) 850-853

[Klaumünzer93] S. Klaumünzer, On the resistivity of electrical conductors containing particle tracks, Rad. Eff. and Def. Sol. 126 (1993) 141-145

[Konynenburg81] R. A. Van Konynenburg, M. W. Guinan and J. H. Kinney, Fusion Neutron Damage in Superconductors and Magnet Stabilizers, J. Nucl. Mater. 103&104 (1981) 739-744

[Kováčik98] J. Kováčik, Electrical Conductivity of Two-Phase Composite Material, Scripta Mater. 39 (1998) 153-157

[Kramer67] D. Kramer and C. G. Rhodes, Omega Phase Precipitation and Superconducting Critical Transport Currents in Titanium-22 at PCT Niobium (Columbium), Trans. AIME 236 (1967) 1612-1615

[Latysheva03] L. Latysheva, N. Sobolevskiy, G. Moritz, E. Mustafin and G. Walter, Numerical Study of the Radiation Damage by Lost U Ions and Protons to the Superconducting Nuclotron-type Dipoles of the SIS100 Synchrotron, GSI Report (2003)

[Lee87] P. J. Lee and D. C. Larbalestier, Development of Nanometer Scale Structures in Composites of Nb-Ti and their Effect on the Superconducting Critical Current-Density, Acta Metall. 35 (1987) 2523-2536

[Lee94] P. J. Lee, J. C. McKinnel and D. C. Larbalestier, Restricted Novel Heat Treatments for Obtaining High J_c in Nb-46.5 wt.%Ti: 2. Prestrain Dependence, Adv. Cryo.Eng. 40 (1994) 725-732

[Legrand92] P. Legrand, A. Dunlop, D. Lesueur, N. Lorenzelli, J. Morillo, S. Bouffard, In Which Metals are High Electronic Excitations able to create Damage?, Materials Science Forum 97-99 (1992) 587-592

[Lesueur93] D. Lesueur and A. Dunlop, Damage creation via electronic excitations in metallic targets part II: A theoretical model, Radiat. Eff. Defects Solids 126 (1993) 163-172

[Livingston63(1)] J. D. Livingston, Precipitation and Superconductivity in Lead-Antimony Alloys, Acta Met. 11 (1963) 1371-1373

[Livingston63(2)] J. D. Livingston, Magnetic Properties of superconducting Lead-Base Alloys, Phys. Rev. 129 (1963) 1943-1949

[Livingston63(3)] J. D. Livingston, Precipitation and Superconductivity in Lead-Tin and Lead-Cadmium Alloys, J. Appl. Phys. 34 (1963) 3028-3036

[Livingston64] J. D. Livingston, Defects and Magnetic Hysteresis in Type 2 Superconductors, Rev. Mod. Phys. 36 (1964) 54-58

[Maurer72] W. Maurer, Irradiation Effects in NbTi multicore superconductors, Karlsruhe: Ges. für Kernforschung (1972) [Berichte] 1699

[Meingast89(1)] C. Meingast, P. J. Lee and D. C. Larbalestier, Quantitative description of a high I_c Nb-Ti superconductor during its final optimization strain: 1. Microstructure, T_c , H_{c2} , and resistivity, J. App. Phys. 66 (1989) 5962-5970

[Meingast89(2)] C. Meingast and D.C. Larbalestier, Quantitative Description of a very high Critical Current Density Nb-Ti Superconductor during its final optimization Strain: 2. Flux pinning mechanisms, J. App. Phys. 66 (1989) 5971-5983

- [Ming81] L.-C. Ming, M. Manghnani, K. Katahara, Phase-Transformations in the Ti-V System under High-Pressure up to 25-GPa, *Acta Metall.* 29 (1981) 479-485
- [Moffat88] D. L. Moffat and D.C. Larbalestier, The competition between martensite and omega in quenched Ti-Nb alloys, *Metall. Trans. A* 19 (1988) 1677-1686
- [Moritz03] G. Moritz, Superconducting Magnets, for the “International accelerator facility for beams of ions and antiprotons” at GSI, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* 13 (2003) 1329-1334
- [Narlikar64] A. V. Narlikar and D. Dew-Hughes, The Effect of Dislocation Configuration on the Superconducting Properties of Niobium and Vanadium, *Phys. Stat. Sol.* 6 (1964) 383-390
- [Narlikar66] A. V. Narlikar and D. Dew-Hughes, Superconductivity in Deformed Niobium Alloys, *J. Mat. Sci.* 1 (1966) 317-335
- [Neumann06] R. Neumann, P. Apel, M. Toulemonde, C. Trautmann (eds.), *Nucl. Instr. and Meth. B* 245 (2006) VII-VIII
- [Nembach66(1)] E. Nembach, Untersuchung der Wechselwirkung magnetischer Flußfäden mit Versetzungen und Oberflächen in Niob (I), *Phys. Stat. Sol.* 13 (1966) 543-558
- [Nembach66(2)] E. Nembach, H. Freyhardt and P. Haasen, Abhängigkeit des Supraleitverhaltens tordierter Niobeinkristalle vom Probendurchmesser, *Phys. Stat. Sol.* 18 (1966) 807-812
- [Ogawa97] S. Ogawa, M. Yoshitake, Y. Suzuki, K. Nishigaki, T. Sugioka and H. Toda, The effect of B and P ion implantation on superconducting magnetic shielding in NbTi sheets, *Nucl. Instr. and Meth. B* 121 (1997) 328-330
- [Okada78] T. Okada and Y. Hayashiuchi, Neutron Irradiation Effect on NbTi and Nb₃Sn and their Application in Superconducting Magnets for Fusion Reactors, *J. Nucl. Mater.* 72 (1978) 177-181

[Parkin75] Don M. Parkin and A. R. Sweedler, Neutron Irradiation of Nb₃Sn and NbTi Multifilamentary Composites, IEEE Trans. Mag. 11 (1975) 166-169

[Petzow94] G. Petzow, "Metallographisches, Keramographisches, Plastographisches Ätzen", 6. überarbeitete Auflage, Stuttgart 1994

[POWD-12] Calculated from NIST using Powd-12++ 74 (1983) 89

[Rabinkin81] A. Rabinkin, M. Talianker, O. Botstein, Crystallography and a Model of the Alpha-Omega Phase-Transformation in Zirconium, Acta Metallurgica 29 (1981) 691-698

[Roisnel01] T. Roisnel and J. Rodriguez-Carvajal, WinPLOTR: A Windows Tool for Powder Diffraction Pattern Analysis, Mater. Sci. Forum 378-381 (2001) 118-123

[Sailer93] R. Sailer, G. McCarthy, North Dakota State University, North Dakota, USA, ICDD Grant-in-Aid (1993)

[Schilling78] W. Schilling, Radiation Induced Damage in Metals, J. Nucl. Mater. 72 (1978) 1-4

[Schmelz77] K. Schmelz, G. Ischenko, Superconductivity of NbTi₅₀ after Heavy Ion Irradiation at Low Temperature and High Fluences, J. Nucl. Mater. 67 (1977) 109-118

[Schweitzer72] D. G. Schweitzer, D. M. Parkin, M. Garber and A. Goland, Proc. 1972 Applied Superconductivity Conf. IEEE 72 CHO682-5-TABSC (1972) p. 491

[Seibt75] E. Seibt, Irradiation and Annealing Effects of Deuteron Irradiated NbTi and V₃Ga Multifilamentary Composite Wires at low Temperature, IEEE Trans. Mag. 11 (1975) 174-177

[Seitz56] F. Seitz, J. S. Koehler, Displacement of atoms during irradiation, Solid State Phys. 2 (1956) 305-448

- [Sekula78] S. T. Sekula, Effect of irradiation on the critical currents of alloy and compound superconductors, J. Nucl. Mater. 72 (1978) 91-113
- [Sibley67] Sibley Wa, Chen Y, Radiation Damage in MgO, Phys. Rev. 160 (1967) 712-716
- [Slack62] G. A. Slack, Thermal Conductivity of MgO, Al₂O₃, MgAl₂O₄ and Fe₃O₄ Crystals from 3° to 300°K, Phys. Rev. 126 (1962) 427-441
- [Snead77] C. L. Snead, Jr., L. Nicolosi and W. Tremel, Effects of 30-GeV-proton irradiation on the critical currents of NbTi multifilament wire, Appl. Phys. Lett. 31 (1977) 130-132
- [Snead78] C. L. Snead, Jr., Low-temperature 30 GeV-proton effects on critical properties of type-II superconducting filamentary conductors, J. Nucl. Mater. 72 (1978) 190-197
- [Soell75] M. Soell, C. A. M. van der Klein, H. Bauer and G. Vogl, The Influence of low Temperature Neutron Irradiation on the Superconducting Magnet Systems for Fusion Reactors, IEEE Trans. Mag. 11 (1975) 178-181
- [Somerkoski87] J. V. A. Somerkoski, D. P. Hampshire, H. Jones, R. O. Toivanen and V. K. Lindroos, Structure and Superconducting Property Characterisation of MF Cu/Nb-46.5 wt.% Ti Superconductors, IEEE Trans. Mag. 23 (1987) 1629-1633
- [Tedmon65] C. S. Tedmon Jr., R. M. Rose and J. Wulff, Resistive Measurements of Structural Effects in Superconducting Niobium, J. Appl. Phys. 36 (1965) 829-835
- [Toulemonde92] M. Toulemonde, C. Dufour and E. Paumier, Transient thermal process after a high-energy heavy-ion irradiation of amorphous metals and semiconductors, Phys. Rev. B 46 (1992) 14362-14369
- [Toulemonde93] M. Toulemonde, E. Paumier, C. Dufour, Thermal Spike Model in the Electronic Stopping Power Regime, Ead. Eff. Def. Solids 126 (1993) 201-206

- [Trautmann93] C. Trautmann, R. Spohr and M. Toulemonde, Stopping power dependence of ion track etching in amorphous metallic $\text{Fe}_{81}\text{B}_{13.5}\text{Si}_{3.5}\text{C}_2$, Nucl. Inst. and Meth. in Phys. Res. B 83 (1993) 513-517
- [Ullmaier69] H. Ullmaier, Harte Supraleiter, Z. Angew. Phys. 26. Bd., Heft 3 (1969) 261-276
- [vanderBeek95] C. J. van der Beek, M. Konczykowski, V. M. Vinokur, T. W. Li, P. H. Kes and G. W. Crabtree, Vortex Line Pinning and Bose-Glass Dynamics in Heavy-Ion Irradiated $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$ Single Crystals, Phys. Rev. Lett. 74 (1995) 1214-1217
- [VM00] Vorlesungsmanuskript „Elektronmikroskopie“, Fachbereich Elektron- und Röntgenmikroskopie, Moskauer Institut für Stähle und Legierungen (МИИЧ) (2000)
- [Wang94] Z. G. Wang, Ch. Dufour, E. Paumier and M. Toulemonde, The S_e sensitivity of metals under swift-heavy-ion irradiation: a transient thermal process, J. Phys.: Condens. Matter 6 (1994) 6733-6750
- [Walker63] M. S. Walker, R. Stickler and F. E. Werner, Metallurgy of advanced electronic materials, New York, Interscience (1963) p. 49
- [Wassermann62] C. Wassermann und J. Grewen, Texturen metallischer Werkstoffe, Zweite Auflage, Springer-Verlag, Berlin/Göttingen/Heidelberg (1962)
- [Williams79] J. M. Williams, C. E. Klabunde, J. K. Redman, R. R. Coltman, Jr., R. L. Chaplin, The Effects of Irradiation on the Cooper Normal Metal of a Composite Superconductor, IEEE Trans. Mag. 15 (1979) 731-734
- [Williams96] D. B. Williams and C. B. Carter, Transmission Electron Microscopy, Springer Science+Business Media, Inc, New York (1996)
- [Weaver02] B. D. Weaver and E. H. Aifer, Effects of Disorder in Reduced Dimensional and Quantum Electronics, Nanotech 2 (2002) 310-313

[Weber82] H. W. Weber, Neutron Irradiation Effects on Alloy Superconductors, J. Nucl. Mater. 108&109 (1982) 572-584

[Wohlleben73] K. Wohlleben, Influence of Proton Irradiation on the Critical Current Density $j_c(B, T)$ of NbTi, J. Low Temp. Phys. 13 (1973) 269-286

[Ziegler85] J. F. Ziegler, J. P. Biersack and U. Littmark, The Stopping and Range of Ions in Solids, Pergamon Press, New York (1985)

[Zizak05] I. Zizak, N. Darowski, S. Klaumünzer, G. Schumacher, W. Assmann, and J. Gerlach, Texture Modification in Nanocrystalline Layers Using Swift Heavy Ions, Sixth International Symposium on Swift Heavy Ions in Matter (SHIM 2005)

[Zschornack89] G. Zschornack, Atomdaten für die Röntgenspektralanalyse, Berlin Springer (1989)

[Zu03] X. T. Zu, S. Zhu, X. Xiang, L. P. You, Y. Huo und L. M. Wang, In situ TEM observation of heavy-ion-irradiation-induced amorphisation in a TiNiCu shape memory alloy, Mat. Sci. and Eng. A363 (2003) 352-355

[Zwicker74] U. Zwicker, Titan und Titanlegierungen, Berlin Springer (1974)

[YimeiZhu93] Yimei Zhu, R. C. Budhani, Z. X. Cai, D. O. Welch, M. Suenaga, R. Yoshizaki, H. Ikeda, Structure of Au²⁴-ion-irradiation-induced defects in high-T_c superconductors, Phil. Mag. Lett. 67 (1993) 125-130

CURRICULUM VITAE

PERSÖNLICHE DATEN

Geburtsdatum, -ort	05.08.1975 in Riga, Lettland
Nationalität	Lettisch
Familienstand	verheiratet, 1 Kind

SCHULBILDUNG

1982 - 1996	Mittelschule in Riga, Lettland Abschluss: Reifezeugnis
-------------	---

STUDIUM

09/1996 – 06/1997	Technische Hochschule in Riga, Lettland, Fakultät für Bauwesen Abbruch wegen Änderung der Fachrichtung
09/1997 – 03/2005	Moskauer Institut für Stahl und Legierungen, Physikalisch-Chemische Fakultät, Fachrichtung Physik der Metalle Abschluss: Dipl.-Ing. Physik
10/2002 – 03/2004	TU Clausthal, Studiengang Werkstoffwissenschaften Abschluss: Dipl.-Ing. Werkstoffwissenschaften, Thema der Diplomarbeit: "Untersuchungen zur Interdiffusion in dem eisenreichen Teil des ternären Systems Fe-Cr-Al"

PROMOTION

05/2004 – 11/2008	TU Darmstadt, Institut für Materialwissenschaft, Fachgebiet Struktur- forschung. Thema der Doktorarbeit: "Untersuchungen zu durch Schwerionen-Bestrahlung induzierten Materialveränderungen in supraleitenden NbTi-Drähten"
-------------------	--

BERUFLICHE ERFAHRUNG

06/1999 – 07/1999	Lehrpraktikum am Hüttenwerk in Lipetsk, Russland
02/2001	Förderprogramm „Integration“, Praktikum im Institut der Kristallographie der russ. Akademie der Wissenschaft, „Vergleichsuntersuchungen von Polymermembranfilmen mit AFM und REM“
09/2001 – 06/2002	Studentenforschungsarbeit "Diffraktometrische Verifikation des Extinktionsmodells für versetzungsreiche Kristalle"
10/2002 – 12/2003	TU Clausthal, Institut für Metallurgie, student. Hilfskraft
05/2003 – 09/2007	TU Darmstadt, Fachbereich Materialwissenschaft, Fachgebiet Strukturforschung, wissenschaftliche Mitarbeiterin

Hiermit erkläre ich an Eides Statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur mit den angegebenen Hilfsmitteln angefertigt habe.

Bisher habe ich noch keinen Promotionsversuch unternommen.

Clausthal-Zellerfeld, im September 2008

Aleksandra Newirkowez